

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

DOCTORAT PRÉSENTÉ À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES
COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN INGÉNIERIE
OFFERT EN EXTENSION
EN VERTU D'UN PROTOCOLE D'ENTENTE
AVEC L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À CHICOUTIMI

PAR
HABIBI MOHAMED

DÉVELOPPEMENT ET CARACTÉRISATION DE NOUVEAUX
COMPOSITES HYBRIDES UD LIN/ PAPIER ET UD LIN/MAT LIN.

JANVIER 2016

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

Cette thèse intitulée:

Développement et caractérisation de nouveaux composites hybrides UD lin/ papier et
UD lin/mat lin.

Présentée par: HABIBI MOHAMED

en vue de l'obtention du diplôme de: Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de:

Luc Laperrière, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières, directeur

Gilbert Lebrun, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières, membre

Bruno Chabot, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières, président

Eduardo Ruiz, Professeur, École polytechnique de Montréal, membre

Lotfi Toubal, Professeur, Université du Québec à Trois-Rivières, membre

Remerciements

C'est avec une certaine émotion et beaucoup de sincérité que je voudrais remercier toutes les personnes ayant contribué de près et de loin dans la réussite de mes travaux de recherche.

J'aimerais tout d'abord remercier mon directeur de thèse, Professeur Luc Laperrière, pour sa disponibilité, son soutien et ses conseils qui ont été nombreux et importants. J'ai beaucoup appris à ses côtés et je lui adresse ma gratitude pour tout cela.

J'adresse de chaleureux remerciements à mon co-directeur de thèse, Professeur Gilbert Lebrun, pour ses précieux conseils avisés et son écoute et ses suggestions qui ont été prépondérants pour la bonne réussite de cette thèse.

Je désire grandement remercier Professeur Edu Ruiz, pour son implication dans mes travaux. Son ouverture d'esprit, sa gentillesse, ses remarques, et surtout ses judicieux conseils sont autant d'éléments qui m'ont permis d'enrichir ce travail.

Je tiens également à remercier l'équipe de recherche de CREPEC pour l'accueil et les conditions de travail privilégiées qui m'ont été offertes pendant mon séjour à l'École Polytechnique de Montréal.

Je devrais remercier tous mes professeurs qui ont contribué à ma réussite et qui ont laissé une trace dans mon parcours scolaire; Demagna Koffi, Nizar Ben Salah, Lotfi Touati, Abdel fattah Cherif, Kamel Marouf, etc.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance envers les amis et collègues qui m'ont apporté leur support tout au long de mes travaux de recherches.

Je veux également remercier ma femme Marwa, pour son soutien quotidien indéfectible. Son soutien a été sans faille et je lui serai éternellement reconnaissant. À mon petit bonhomme Aman, le bonheur de ma vie.

Ces remerciements ne peuvent s'achever, sans une pensée pour ma première éducatrice et mon premier éducateur : ma mère et mon père. Leur présence et leurs encouragements sont pour moi les piliers fondateurs de ce que je suis et de ce que je fais.

Résumé

L'industrie en général cherche évidemment à réduire la dépendance aux combustibles et aux produits à base de pétrole. Dans le domaine des matériaux, l'accent est mis sur le développement des composites à fibres naturelles, comme une alternative réaliste aux plastiques renforcés par des fibres de verre. Les fibres naturelles peuvent apporter des propriétés mécaniques comparables à celles que donneraient les fibres de verre, avec cependant des densités plus faibles et un caractère biodégradable. Plusieurs techniques de fabrication sont disponibles pour mettre en œuvre les composites avec une grande variété de renforts et de résines, et le moulage par transfert de résine (RTM) est l'un des procédés le plus utilisé. Un renfort à fibres naturelles est considéré comme un milieu poreux, et dans le cas du procédé RTM sa perméabilité définit le temps et l'étendue de l'infiltration et, par conséquent, le coût et la qualité de la pièce finale. Un autre paramètre très important dans la fabrication des composites est la fraction volumique des fibres. Ce paramètre a une influence non seulement sur la perméabilité mais aussi et surtout sur les propriétés mécaniques du composite fabriqué. Néanmoins, la nature et l'architecture du renfort ont un impact significatif sur ses propriétés mécaniques.

Dans le présent travail, la perméabilité planaire d'un renfort unidirectionnel (UD) de type UD-lin/papier a été étudiée. La perméabilité de la couche papier a fait l'objet d'une optimisation par la modification de la structure du réseau fibreux, afin d'augmenter la perméabilité globale du renfort. Les résultats obtenus ont démontré que l'ajout des fibres courtes de lin dans le papier affecte positivement sa perméabilité de la même manière qu'il affecte la perméabilité globale du renfort.

Une alternative à la couche de papier a été proposée et consiste à la remplacer par un mat à fibres courtes de lin obtenu par la même technique de laboratoire de fabrication du papier. En premier lieu, le mat a été considéré comme un renfort individuel. Cette partie du travail a mené à l'étude des paramètres de fabrication et des caractéristiques du mat

(densité surfacique, longueur de fibre) et leurs effets sur la microstructure du renfort et sa perméabilité.

L'analyse expérimentale de la porosité des mats à fibres courtes de lin a démontré une relation fonctionnelle entre la densité surfacique, la longueur de fibre et la distribution de la taille des pores. Les mesures de perméabilité effectuées ont permis de conclure que sa variation suit une loi exponentielle en fonction de V_f . En outre, une augmentation de la densité surfacique augmente le nombre de fibres par unité de surface et réduit l'espace libre entre les fibres, ce qui donne un réseau fibreux plus dense avec un faible taux de porosité et qui diminue par conséquent la perméabilité du mat.

L'étude a été renforcée par la caractérisation des écoulements capillaires dans le renfort pour identifier les effets de ces paramètres caractéristiques sur son comportement en imprégnation. Les résultats obtenus ont démontré qu'une augmentation de la densité surfacique du renfort influence significativement la vitesse d'écoulement du fluide et par conséquent augmente sa saturation, ce qui réduit le taux de vide formé.

Par la suite, les mats fabriqués ont été utilisés pour fabriquer des composites à différentes fractions volumiques de fibres. Ceux-ci ont été caractérisés et les propriétés mécaniques en traction et en flexion ont été déterminées et modélisées, accompagnée d'une analyse de l'endommagement par émission acoustique qui a permis d'identifier l'évolution des différents modes d'endommagement en fonction de la fraction volumique de fibres. Les résultats obtenus ont démontré que les propriétés mécaniques optimales sont obtenues à un $V_f = 40\%$. L'utilisation de l'émission acoustique a révélé que la baisse des propriétés à $V_f = 50\%$ est attribuable à une mauvaise adhérence fibre-matrice, elle-même traduite par une dominance du mode d'endommagement «friction fibre-matrice et déchaussement », pour les deux types d'essais (traction et flexion).

Dans la dernière partie du travail et afin de déterminer l'efficacité d'un mat pour remplacer la couche de papier comme agent liant, le comportement en imprégnation du renfort global (UD/Mat) a été étudié en mesurant sa perméabilité planaire à différentes fractions volumiques de fibres. Des composites ont été fabriqués avec ce nouveau renfort et ont fait

l'objet d'une étude expérimentale du comportement mécanique et de l'endommagement en traction et en flexion. Les résultats obtenus ont démontré que la perméabilité de ce renfort est supérieure à celle obtenue avec la couche papier mais elle diminue lorsque la densité surfacique du mat utilisé augmente. D'autre part, l'addition des fibres courtes de lin a un effet significatif sur la réduction de la variabilité des propriétés mécaniques mesurées et sur l'augmentation des propriétés mécaniques dans le sens transversal. La présence des fibres courtes a aussi démontré un effet positif sur l'endommagement du matériau en limitant la propagation des fissures dans le sens longitudinal et en améliorant les facettes de rupture.

Abstract

Today, the industry aims to reduce its dependency on fuels and petroleum products. The emphasis is placed on the development of natural fiber composites as a realistic alternative to plastic reinforced with glass fibers. Natural fibers are biodegradable and can provide comparable mechanical properties to those given by glass fibers, with lower densities. Several manufacturing techniques are available to produce a wide variety of reinforcements and resins. RTM (resin transfer molding) is one of the most common one. In this process, the natural fiber reinforcement is considered as a porous medium, where the permeability defines the infiltration time and extent and, consequently, the cost and the quality of the final part. An important parameter in the manufacture of composites is the fiber volume fraction. This parameter affects not only the permeability of the reinforcement, but also the mechanical properties of the resulting composite. The type and the architecture of the reinforcement also have a significant impact on its mechanical properties.

In this study, the permeability of a UD flax/paper reinforcement was investigated. The permeability of the paper layer has been optimized by modifying the fibrous network structure in order to optimize the global permeability of the reinforcement. The obtained results demonstrated that the addition of the short flax fibers in the paper layer affects positively its permeability in the same way that it affects the global permeability of the reinforcement.

A short flax fiber mat has been proposed as an alternative to replace the paper layer. First, the mat was considered as an individual reinforcement. This part of the work led to the study of the effect of manufacturing and material parameters (surface density, fiber length) on the characteristic parameters of its microstructure and its permeability. The experimental analysis of the porosity demonstrated a functional relation between the surface density, the fiber length and the pores size distribution. The measured permeability is observed to follow an exponential trend, according to V_f . Moreover, an increase of the

surface density increases the number of fibers by unit area and reduces the free space between fibers, which gives a denser fibrous network with a low rate of porosity and decreases consequently the permeability of the mat.

The study was enhanced by a characterization of the capillary flows in the reinforcement in order to identify the effects of these parameters on its impregnation behavior. The obtained results demonstrated that an increase of the surface density of the reinforcement influences significantly the fluid flow velocity and consequently increases its saturation, which reduces the void content in the sample.

Thereafter, the manufactured mats were used to fabricate composite plates with various fiber volume fractions. These composites were characterized and the mechanical properties in tensile and flexural loading were determined and modelled. The characterization of the mechanical behavior in tensile and flexural loading was accompanied with an analysis of the damage behavior monitored by acoustic emission, which allowed to identify the evolution of the different damage modes during loading as well as according to the fiber volume fraction. The obtained results demonstrated that the optimal mechanical properties are obtained at $V_f = 40\%$. The use of acoustic emission revealed that the reduction of the mechanical properties at $V_f = 50\%$ is attributable to a limited adhesion between the fibers and the matrix, which translates to a dominance of the fiber-matrix friction and fiber pull out damage mode.

To determine the efficiency of the mat layer as a replacement of the paper layer, the impregnation behavior of the global reinforcement (UD/Mat) was studied by measuring its permeability in various fiber volume fractions. New composites were fabricated with this new reinforcement and the mechanical and damage behaviors were studied. The obtained results demonstrated that the permeability of this reinforcement is superior to that obtained with the paper layer, but always decreases with increasing the surface density of the used mat. On the other hand, the addition of the short flax fibers was observed to have a significant effect on the reduction of the variability of the measured mechanical properties and on the increase of the mechanical properties in the transverse direction of

the composite. The presence of short fibers has finally demonstrated a positive effect on the damage of the material by limiting the propagation of cracks in the longitudinal direction, parallel to the unidirectional fiber, and by improving the fractured surface.

Table des matières

Remerciements	i
Résumé	iii
Abstract	vi
Table des matières	ix
Liste des tableaux	xv
Liste des figures	xvii
Liste des abréviations	xxiii
Liste des symboles	xxv
Chapitre I: Introduction.....	1
1.1 Généralités sur les matériaux composites	1
1.1.1 Marché mondial.....	1
1.1.2 Définition d'un matériau composite.....	2
1.1.3 Matériaux composites à fibres synthétiques.....	4
1.1.3.1 Les fibres de verre.....	4
1.1.3.2 Architecture des renforts	5
1.1.3.3 Inconvénients des fibres synthétiques.....	6
1.1.4 Matériaux composites à fibres végétales.....	7
1.1.4.1 La fibre végétale.....	9
1.1.4.2 Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales.....	14
1.1.4.3 La fibre de lin : origine et propriétés.....	16
1.1.4.4 Composites à fibres de lin	18

1.1.4.5 Caractéristiques particulières des renforts unidirectionnels.....	19
1.2 Problématique et objectifs.....	20
1.2.1 Développement d'un nouveau renfort UD lin/papier.....	20
1.2.2 Capacité d'imprégnation du nouveau renfort.....	21
1.2.3 Objectifs de ce travail.....	22
1.2.4 Contenu de la thèse.....	23
CHAPITRE II : Revue de la littérature scientifique	24
2.1 Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales	24
2.1.1 Pré-imprégnation	27
2.1.2 Moulage par transfert de résine, Resin Transfer Moulding (RTM)	27
2.1.3 Moulage par compression	28
2.2 Caractérisation des écoulements dans les milieux fibreux.....	29
2.2.1 Perméabilité d'un milieu fibreux.....	29
2.2.1.1 Écoulement rectiligne unidirectionnel (1D).....	30
2.2.1.2 Écoulement radial (2D).....	31
2.2.1.3 Paramètres qui influencent la perméabilité d'un renfort à fibres unidirectionnelles	32
2.2.2 Écoulements capillaires dans les renforts fibreux	33
2.2.2.1 Pression capillaire	33
2.2.2.2 Mécanismes de formation de vide	35
2.2.3 Modèles d'imbibition	38
2.2.3.1 Loi de Jurin	38
2.2.3.2 Loi de Jurin modifiée	39

2.2.3.3 Modèles d'imbibition de Lucas-Washburn	40
2.2.3.4 Premier modèle d'imbibition	41
2.2.3.5 Deuxième modèle d'imbibition	42
2.2.3.6 Troisième modèle d'imbibition	42
2.2.3.6 Quatrième modèle d'imbibition.....	43
2.3 Propriétés mécaniques en traction des composites à fibres végétales.....	44
2.3.1 Propriétés mécaniques d'un composites.....	44
2.3.2 Modèles micromécaniques pour les composites à fibres courtes	45
2.3.2.1 Modèle de Cox-Krenchel et de Kelly-Tyson	45
2.3.2.2 Modèle d'Halpin-Tsai et Tsai-Pagano.....	46
CHAPITRE III : Étude de la perméabilité d'un renfort à fibres UD lin /papier.....	48
3.1 Introduction.....	48
3.2 Matériaux et méthodes	49
3.2.1 Fabrication de la couche de papier lin-Kraft	49
3.2.2 Préparation du renfort pour les essais de perméabilité.....	50
3.2.3 Détermination expérimentale de la perméabilité.....	51
3.2.3.1 Contexte théorique	51
3.2.3.2 Mesure de la perméabilité du renfort	52
3.3 Résultats et discussions	54
3.3.1 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la structure du papier	54
3.3.2 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur l'épaisseur du papier.....	59
3.3.3 Perméabilité de la couche papier	60

3.3.4 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la perméabilité globale du renfort	61
3.3.5 Modélisation de la perméabilité du renfort	64
3.3.6 Effet de l'orientation de la couche papier sur la perméabilité planaire des renforts	68
3.4 Conclusions	71
CHAPITRE IV : Étude, fabrication et caractérisation expérimentale de mats à fibres courtes de lin	73
4.1 Introduction	73
4.2 Matériaux et méthodes	74
4.2.1 Fabrication des mats à fibres courtes de lin	74
4.2.3 Analyse de la porosité par microscopie	77
4.2.4 Détermination expérimentale de la perméabilité.....	78
4.2.5 Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts ...	82
4.2.6 Caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques	83
4.2.7 Caractérisation expérimentale de l'endommagement	84
4.3 Résultats et discussions	85
4.3.1 Étude de la porosité	85
4.3.1.1 Étude de la porosité par la méthode d'expulsion de liquide	85
4.3.1.2 Étude de la porosité par microscopie	88
4.3.2 Étude de la perméabilité	91
4.3.3 Étude des écoulements capillaires dans les renforts.....	95
4.3.4 Propriétés physiques et mécaniques	102
4.3.4.1 Propriétés physiques des composites fabriqués	102

4.3.4.2 Propriétés mécaniques des composites fabriqués	103
4.3.4.3 Modélisation micromécanique du comportement en traction.....	105
4.3.5 Analyse de l'endommagement des composites par émission acoustique	108
4.3.5.1 Analyse générale de l'endommagement des composites étudiés.....	108
4.3.5.1.a) En Traction.....	108
4.3.5.1.b) En Flexion.....	110
4.3.5.2 Identification des modes d'endommagements	111
4.3.5.3 Identification des modes d'endommagement par l'analyse des facettes de rupture	116
4.3.5.4 Contribution des différents modes d'endommagement.....	117
4.4 Conclusions.....	120
Chapitre V : Fabrication et caractérisation expérimentale des renforts et composites UD lin/mat lin	
5.1 Introduction.....	122
5.2 Matériaux et méthodes	122
5.3 Résultats et discussions	124
5.3.1 Étude de la perméabilité.....	124
5.3.2 Propriétés physiques et mécaniques	126
5.3.2.1 Propriétés physiques des composites fabriqués	126
5.3.2.2 Propriétés mécaniques des composites	127
5.3.2.2.a) En traction.....	128
5.3.2.2.b) En flexion.....	130
5.3.3 Analyse de l'endommagement par émission acoustique.....	134

5.3.3.1	Analyse générale de l'endommagement des composites en traction	134
5.3.3.2	Analyse générale de l'endommagement des composites en flexion	136
5.3.3.3	Identification des modes d'endommagement en traction.....	137
5.3.3.4	Identification des modes d'endommagement en flexion	142
5.3.3.5	Identification visuelle des divers modes d'endommagement des composites étudiés en traction	144
5.3.3.5.a)	Analyse des surfaces de rupture.....	144
5.3.3.5.b)	Analyse des surfaces de rupture par image MEB	145
5.3.3.6	Contribution des différents modes d'endommagement.....	146
5.4	Conclusions	148
Chapitre VI : Conclusions.....		150
6.1	Résumé des résultats importants	150
6.1.1	Renfort UD lin/papier.....	150
6.1.2	Renfort mat en fibres courtes de lin	151
6.1.3	Renfort UD lin/mat lin	153
6.2	Comparaison des propriétés obtenues	154
6.2.1	Composites mat/époxy	154
6.2.2	Composites UD/époxy et UD/mat lin/époxy.....	156
6.2	Travaux futurs	158
Références		160

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Propriétés typiques des fibres synthétiques [13].....	4
Tableau 1.2: Comparaison entre les fibres végétales et synthétiques [32].	8
Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques des diverses fibres végétales [27, 42].....	11
Tableau 1.4 : Propriétés des fibres végétales [42, 47].....	13
Tableau 1.5: Comparaison des propriétés mécaniques de différents renforts [48].	14
Tableau 1.6: Variation des propriétés en traction de la fibre de lin [54-57].	17
Tableau 2.1: Principales caractéristiques des techniques de fabrication [48].	25
Tableau 2.2: Comparaison des procédés de fabrication des composites [48].	26
Tableau 3.1 : Caractéristiques des couches de papier fabriquées.	51
Tableau 3.2: Perméabilité planaire des papiers étudiés.	61
Tableau 3.3: Coefficients de la matrice de corrélation.	64
Tableau 3.3: Perméabilité globale du renfort obtenu à partir de l'équation (3.7).	67
Tableau 4.1: Caractéristique des couches de mat étudiées.	75
Tableau 4.2 : Propriétés de l'hexadécane.....	83
Tableau 4.3 : Résultats des essais d'imbibition avec l'hexadécane.....	99
Tableau 4.4 : Vitesse optimale calculées.	101
Tableau 4.5: Propriétés physiques des composites fabriqués (moyenne \pm Écart type).	102
Tableau 4.6: Propriétés mécaniques en traction (moyenne \pm Écart type).	104
Tableau 4.7: Propriétés mécaniques en flexion (moyenne \pm Écart type).	105
Tableau 4.8: Distinction des mécanismes d'endommagement.	112
Tableau 4.9: Résumé de l'analyse multivariable.	113

Tableau 5.1: Propriétés physiques des composites fabriqués (moyenne \pm Écart type). 127	127
Tableau 5.2: Propriétés mécaniques en traction.....129	129
Tableau 5.3: Propriétés mécaniques en flexion.....131	131
Tableau 6.1: Comparaison des propriétés mécaniques en traction.155	155
Tableau 6.2: Comparaison des propriétés spécifiques en traction.155	155
Tableau 6.3 : Comparaison des renforts à fibres naturelles.157	157
Tableau 6.4 : Comparaison avec les composites à fibres de verre.....158	158

Liste des figures

Figure 1.1: Marché des composites de l'UE en 2010 (Total : 2,4 mégatonnes) [6].	2
Figure 1.2. Quelques types de tissus [15].	6
Figure 1.3 : Propriétés spécifiques des fibres naturelles et fibres synthétiques [41].	10
Figure 1.4 : Structure multi-échelle de la fibre de lin [43].	12
Figure 1.5: Influence du procédé de fabrication sur les propriétés en traction des composites [41].	15
Figure 1.6 : Représentation schématique d'une fibre de lin, de la tige à la microfibrille [16, 52].	16
Figure 1.7 : Configurations de lin : (a) mat, (b) mèche, (c) tissu, (d) fibre monofil et (e) fil.	18
Figure 1.8 : Comparaison de la position du front d'écoulement en fonction du temps pour divers type de renfort pour les composites [75].	21
Figure 2.1 : Différents procédés de fabrication des composites à matrice polymère.	24
Figure 2.2 : Représentation schématique d'un pré-imprégnation-autoclave [78].	27
Figure 2.3 : Représentation schématique d'un moulage RTM [78].	28
Figure 2.4 : Moulage par compression [81].	29
Figure 2.5 : Plan de vues de mesure de perméabilité pour un l'écoulement (a) 1-D et (b) 2-D.	30
Figure 2.6 : Représentation schématique du front d'écoulement radial (r) et du point d'injection central (r_0).	32
Figure 2.7 : Représentation schématique de la topologie de vides dans un stratifié en fonction de l'angle de contact [109].	35

Figure 2.8 : Formation de vides dans un milieu poreux à double échelle; (a) à faible vitesse d'écoulement et (b) à une vitesse d'écoulement élevé [117].	36
Figure 2.9 : Hauteur d'équilibre dans un tube capillaire Z_{Jurin} [125].	39
Figure 2.10 : Évolution du front d'écoulement par montée capillaire dans milieu poreux.	40
Figure 3.1: Équipement de fabrication de papier.	50
Figure 3.2 : Montage de mesure de perméabilité.	53
Figure 3.3 : Détermination de R_x et R_y définissant les ellipses du front d'écoulement.	54
Figure 3.4: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 28.92 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 5 \text{ mm}$.	55
Figure 3.5: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 28.92 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 10 \text{ mm}$.	56
Figure 3.6: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 38.21 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 5 \text{ mm}$.	56
Figure 3.7: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 38.21 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 10 \text{ mm}$.	57
Figure 3.8: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 46.58 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 5 \text{ mm}$.	57
Figure 3.9: Micrographie d'un papier à $DS_{papier} = 46.58 \text{ g/m}^2$, $L_{Lin} = 10 \text{ mm}$.	58
Figure 3.10 : Effet du teneur en fibres courtes de lin sur l'épaisseur du papier.	59
Figure 3.11: Effet des propriétés du papier sur la perméabilité du renfort (K_x).	63
Figure 3.12: Effet des propriétés du papier sur la perméabilité du renfort (K_y).	63
Figure 3.13 : Projection des deux premiers composants de l'analyse ACP.	65
Figure 3.14 : Comparaison entre les données des deux modèles pour K_x .	67
Figure 3.15 : Comparaison entre les données des deux modèles pour K_y .	68
Figure 3.16 : Orientation des couches du renfort dans les deux cas C1 et C2.	69
Figure 3.17 : Forme prédite du front d'écoulement pour les orientations C1 et C2 du papier par rapport au lin UD.	70

Figure 3.18 : Prédiction des formes des fronts d'écoulement généralisé.....	71
Figure 4.1 : Échantillon type de renfort utilisé pour les essais de perméabilité.....	75
Figure 4.2: Poromètre 3G TM	77
Figure 4.3: Montage de mesure de perméabilité (PERMLAB 2).	78
Figure 4.4: Variation de la viscosité de l'huile silicone en fonction de la température...79	
Figure 4.5 : Position du front d'écoulement en fonction du temps.	80
Figure 4.6 : Vitesse du front d'écoulement en fonction du temps.....	80
Figure 4.7: Perméabilité en fonction du temps.	81
Figure 4.8:Interface « Data results » de Permlab TM	81
Figure 4.9: Configuration du montage capillaire [152].	82
Figure 4.10: Essais de traction et de flexion d'un composite à renforts mats de lin et matrice époxy.	84
Figure 4.11 : Capteurs Micro-80 PAC.	85
Figure 4.12: Effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres sur la distribution de la taille des pores.	86
Figure 4.13: Effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres sur la taille minimale (MinPS) et maximale (MaxPS) des pores.	87
Figure 4.14: Identification des pores d'un mat à 50 g/m ²	88
Figure 4.15: Identification des pores d'un mat à 100 g/m ²	89
Figure 4.16: Identification des pores d'un mat à 150 g/m ²	89
Figure 4.17: Identification des pores d'un mat à 200 g/m ²	90
Figure 4.19: Effet de la fraction volumique de fibre sur la perméabilité (log(K))......	92

Figure 4.20: prédiction de la perméabilité dans le plan pour des mats à fibres de 5 mm.	94
Figure 4.21: Effet de la longueur des fibres sur la perméabilité du mat à $V_f = 40\%$	95
Figure 4.22 : Position du front de l'hexadécane à $t=100$ s.....	96
Figure 4.23 : Évolution de la masse de l'hexadécane dans les renforts étudiés.....	96
Figure 4.24 : Évolution de la hauteur de l'hexadécane dans les renforts étudiés.	97
Figure 4.25 : Évolution de la prise de masse et régression linéaire du modèle LW.	98
Figure 4.26 : Évolution de la hauteur capillaire et régression linéaire du modèle LW....	98
Figure 4.27 : Évolution de la saturation totale en fonction de la hauteur d'imbibition.	100
Figure 4.28 : Évolution du taux de vide en fonction du nombre capillaire.....	101
Figure 4.29: Images d'un composite M40 : (a) micrographie de la section transversale d'une éprouvette et (b) image MEB de la surface de rupture.	103
Figure 4.30 : Comparaison des propriétés expérimentales et prédites.....	107
Figure 4.31: Courbes contrainte-déformation et énergies acoustiques cumulées des composites testés en traction; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.	109
Figure 4.32: Courbes contrainte-déformation et énergie acoustique cumulative des composites testés en flexion; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.	110
Figure 4.33: Distribution temporelle des modes d'endommagement pour les tests de traction des composites ; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.....	114
Figure 4.34: Distribution temporelle des modes d'endommagement pour les tests de flexion des composites; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.	115
Figure 4.35 : Analyse de la facette de rupture par image MEB (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.	116
Figure 4.36: Contribution des modes d'endommagement (DC) en traction.....	118

Figure 4.37: Contribution des modes d'endommagement (DC) en flexion.....	119
Figure 5.1: Différents types de renforts fabriqués : a) UD seul; b) Mat-UD.	123
Figure 5.2: Effet de la fraction volumique de fibre sur la perméabilité des renforts UD-lin et mat-lin.	124
Figure 5.3: Effet de l'ajout des fibres courtes sur la perméabilité des renforts UD lin/mat lin.	125
Figure 5.4 : Configuration du chargement en flexion des composites UDM100 et UDM200.	132
Figure 5.6: Courbes contrainte-déformation et cumulative d'énergie des composites testés en flexion; (a) UD-40, (b) M-40, (c) UD100-40-LUD, (d) UD100-40-LM.	136
Figure 5.7: Courbes contrainte-déformation et classification des événements acoustiques définissant les modes d'endommagements de l'époxy testés en traction.	138
Figure 5.8: Modes d'endommagement des composites renforcés.	139
Figure 5.9: Courbes contrainte-déformation et classification des événements acoustiques définissant les modes d'endommagements en traction des composites; (A1 and A2) UD-40, (B1 and B2) M-40, (C1 and C2) UD100-40.	140
Figure 5.10: Classification des événements pour les tests de flexion des composites ; (A1 and A2) UD-40, (B1 and B2) M-40, (C1 and C2) UD100-40-LM.....	143
Figure 5.11: Effet de l'ajout de fibres courtes sur la surface de rupture.	144
Figure 5.12 : Analyse des facettes de rupture du composite UD-40 (a et b) et UDM100-40 (c et d) par image MEB.....	145
Figure 5.13: Contribution des modes d'endommagement (DC) pour les tests; (a) de traction et (b) de flexion.	147
Figure 6.1 : Renfort à fibre de verre; (a) PBCSM et (b) CFM.....	154

Figure 6.2 : Exemples de structures en composites utilisant les renforts développés dans cette thèse : (a et b) composites sandwichs en nid d'abeille d'aluminium; (c) composites sandwichs en nid d'abeille de carton; (d) panneaux ondulés en composites Mat/époxy et UD-Mat/époxy; (e) composite avec cœur en styromousse. 159

Liste des abréviations

ACP	analyse en composantes principales
C	continuous
C1	première configuration d'orientation du papier
C2	deuxième configuration d'orientation du papier
CD	direction transversale
H	high
Ipp	In-plane porosity
L	low
LCM	Liquid Composites Moulding
LM	configuration du chargement en flexion, mat en compression
LUD	configuration du chargement en flexion, UD en compression
LW	Lucas-Washburn
M	medium
MaxPS	maximum pore size
MD	direction machine
MEB	microscope à balayage électronique
MinPS	minimum pore size
M10	composite mat époxy, $V_f=10\%$
M20	composite mat époxy, $V_f=20\%$
M30	composite mat époxy, $V_f=30\%$
M40	composite mat époxy, $V_f=40\%$
M50	composite mat époxy, $V_f=50\%$
Mat-UD	combinaison d'un mat et un UD
PAC	Physical Acoustics Corporation
PP	polypropylène
R	random
RTM	moulage par transfert de résine
ROM	rule of mixture

UE	Union Européenne
UP	polyester insaturé
S50L5	mats d'une densité surfacique de 50g/m ² et une longueur de fibre de 5 mm
S100L5	mats d'une densité surfacique de 100g/m ² et une longueur de fibre de 5 mm
S150L5	mats d'une densité surfacique de 150g/m ² et une longueur de fibre de 5 mm
S200L5	mats d'une densité surfacique de 200g/m ² et une longueur de fibre de 5 mm
UD	renfort à fibre longue unidirectionnelle
UDM100	combinaison d'un mat à 100g/m ² et un UD
UDM200	combinaison d'un mat à 200g/m ² et un UD

Liste des symboles

Chapitre I

Symboles alphabétiques

d_f	diamètre des fibres (μm)
E	module d'Young (GPa)
E_f	module d'Young des fibres (GPa)
$E_{\text{spécifique}}$	module d'Young spécifique ($\text{GPa}/\text{gcm}^{-3}$)
l_f	longueur des fibres (mm)
P	paroi primaire
S	paroi secondaire
V_f	fraction volumique des fibres (%)

Symboles grecs

σ	contrainte en traction (MPa)
σ_f	contrainte en traction des fibres (MPa)
$\sigma_{\text{spécifique}}$	contrainte en traction spécifique ($\text{MPa}/\text{gcm}^{-3}$)
ε	déformation à la rupture (%)
ε_f	déformation à la rupture des fibres (%)
θ	angle des microfibrilles ($^\circ$)
ρ	densité (g/cm^{-3})
ρ_f	densité des fibres (g/cm^3)

Chapitre II

Symboles alphabétiques

A	section transversale de la cavité (m^2)
A_c	section transversale du capillaire (m^2)
A_{cs}	section transversale de la mèche (m^2)
B_h	pente de Lucas-Washburn ($h^2(t)$) (kg^2/s)
B_m	pente de Lucas-Washburn ($m^2(t)$) (m^2/s)
C_v	capacité volumétrique

Ca_{ff}	nombre capillaire
Ca_{ff}^*	nombre capillaire modifié
D	diamètre de la fibre (μm)
D_e	diamètre équivalent de pores (μm)
D_f	diamètre d'un filament individuel de la fibre (μm)
d_h	diamètre hydraulique équivalent (m)
d_m	diamètre de la conduite (m)
E_c	module d'Young du composite (GPa)
E_f	module d'Young des fibres (GPa)
E_1	module longitudinal (GPa)
E_2	module transversal (GPa)
F_w	force de mouillage (N)
g	gravité (m/s^2)
G_m	module de cisaillement de la matrice
h	épaisseur de la cavité (m)
h_r	épaisseur du renfort (m)
K	perméabilité (m^2)
L	longueur de la fibre (m)
l_{cap}	longueur capillaire caractéristique (m)
m	masse absorbée (Kg)
m_{Jurin}	masse absorbée de Jurin (m)
P_{atm}	pression atmosphérique
P_c	pression capillaire (Pa)
P_m	périmètre mouillé de la conduite (m)
P_0	pression au point d'injection (Pa)
P_1	pression au front d'écoulement (Pa)
ΔP	gradient de pression (Pa)
Q	débit (m^3/s)
r	rayon du front d'écoulement (m)
r_c	rayon du tube capillaire (m)

r_0	rayon du point d'injection (m)
r_f	rayon de la fibre
S	saturation (%)
T	épaisseur de la fibre (m)
t	temps (s)
t_f	temps de remplissage (s)
V_f	fraction volumique des fibres (%)
$V_{\text{réel}}$	volume réel du fluide (m ³ /s)
V_{app}	volume apparent (m ³ /s)
W_r	largeur du renfort (m)
x_f	position du front d'écoulement (m)
z	hauteur capillaire (m)
Z_{eq}	hauteur d'équilibre (m)
Z_{Jurin}	hauteur de Jurin (m)

Symboles grecs

\emptyset	porosité (1- V_f) (%)
θ	angle de contact liquide-solide (°)
σ_f	contrainte en traction des fibres (MPa)
σ_{sf}	tension de surface du fluide de mouillage (Pa m)
σ_f	tension de surface du fluide de mouillage (Pa m)
ε	porosité globale (%)
ρ	densité du liquide (g/cm ³)
γ_{lv}	tension superficielle liquide-vapeur (Pa m)
μ	viscosité dynamique du fluide (Pa s)
τ	tortuosité de la mèche
η	facteur empirique du modèle d'Halpin-Tsai
η_{1E}	facteur d'efficacité de la longueur pour la rigidité du renfort
η_{1S}	facteur d'efficacité de la longueur pour la résistance du renfort
η_0	facteur de distribution d'orientation des fibres
η_s	le facteur d'efficacité de la fibre

ξ facteur empirique du modèle d'Halpin-Tsai

Chapitre III

Symboles alphabétiques

M_{lin}	Masse des fibres de lin sec (g)
M_{Kraft}	Masse des fibres de Kraft sec (g)
L_{lin}	longueur des fibres de lin (mm)
d	diamètre de la fibre (m)
DS_{papier}	Densité surfacique du papier (g/m ²)
K	perméabilité du renfort (m ²)
k_e	perméabilité effective (m ²)
K_x	perméabilité du renfort suivant l'axe x (m ²)
K_x^{papier}	perméabilité du papier suivant l'axe x (m ²)
K_x^{UD}	perméabilité du renfort unidirectionnel suivant l'axe x (m ²)
K_y	perméabilité du renfort suivant l'axe y (m ²)
K_y^{papier}	perméabilité du papier suivant l'axe y (m ²)
K_y^{UD}	perméabilité du renfort unidirectionnel suivant l'axe y (m ²)
l	longueur de la fibre (m)
ΔP	gradient de pression (Pa)
R_x	rayon du front d'écoulement en fonction du temps suivant l'axe x (m)
R_y	rayon du front d'écoulement en fonction du temps suivant l'axe y (m)
$R_{x,e}$	rayon équivalent du front d'écoulement (m)
$R_{x0,e}$	rayon équivalent du point d'injection (m)
u	vitesse moyenne (m/s)
V_f	fraction volumique des fibres (%)
W_f	poids du renfort par unité de surface (%)
W_{lin}	pourcentage massique des fibres de lin sec (%)

Symboles grecs

μ viscosité dynamique du fluide (Pa s)

\emptyset	porosité du renfort (%)
ρ	densité du renfort (g/cm^3)

Chapitre IV

Symboles alphabétiques

B_h	penne de Lucas-Washburn (kg^2/s)
B_m	penne de Lucas-Washburn (m^2/s)
d	diamètre de la fibre (μm)
d_f	diamètre de la fibre (μm)
D_s	densité surfacique du mat (g/m^2)
DC	contribution des modes d'endommagement (%)
E_f	module d'Young des fibres (GPa)
E_m	module d'Young de la matrice (GPa)
E_i	énergie acoustique accumulée ($\mu\text{V/s}$)
G_m	module de cisaillement de la matrice
E_{fl}	module d'Young du composite en flexion (GPa)
E_p	épaisseur du mat (μm)
E_{tr}	module d'Young du composite en traction (GPa)
K	perméabilité du renfort (m^2)
l	longueur de la fibre (m)
l_{cap}	longueur capillaire caractéristique (m)
L_f	longueur des fibres de lin (mm)
g	gravité (m/s^2)
h	hauteur de la colonne capillaire (m)
R	rayon capillaire (m)
V_f	fraction volumique des fibres (%)
V_{vide}	taux de vide (%)
V_{opt}	vitesse optimal (m/s)
W_f	Fraction massique des fibres (%)

Symboles grecs

σ_f	contrainte en traction des fibres (MPa)
σ_m	contrainte en traction de la matrice (MPa)
σ_{fl}	contrainte en flexion des composites (MPa)
σ_{tr}	contrainte en traction des composites (MPa)
θ	angle de contact liquide-solide ($^{\circ}$)
ρ	densité du liquide (g/cm^3)
γ	tension superficielle liquide-vapeur (Pa m)
ρ_c	densité du composite (g/cm^3)
ε_{fl}	déformation à la rupture en flexion (%)
ε_{tr}	déformation à la rupture en traction (%)

Chapitre V*Symboles alphabétiques*

E_T^L	module d'Young longitudinal en traction (GPa)
E_T^T	module d'Young transversal en traction (GPa)
E_F^L	module d'Young longitudinal en flexion (GPa)
E_F^T	module d'Young transversal en flexion (GPa)
K	perméabilité du renfort (m^2)
V_f	fraction volumique des fibres (%)
V_{vide}	taux de vide (%)
W_f	Fraction massique des fibres (%)

Symboles grecs

σ_T^L	contrainte longitudinale en traction des fibres (MPa)
σ_T^T	contrainte transversale en traction des fibres (MPa)
σ_F^L	contrainte longitudinale en flexion des fibres (MPa)
σ_F^T	contrainte transversale en flexion des fibres (MPa)
ρ_c	densité du composite (g/cm^3)

Chapitre I: Introduction

1.1 Généralités sur les matériaux composites

1.1.1 Marché mondial

Au cours des années 70, les applications composites ont gagné en popularité dans les domaines de l'aéronautique, de l'automobile, des articles de sport et du biomédical. Successivement, les années 80 ont vu un développement significatif dans l'utilisation des fibres de haute performance [1]. Les matériaux composites sont attrayants car ils combinent avantageusement les propriétés des matériaux constitutifs et offrent des structures légères ayant une grande rigidité. Les propriétés peuvent s'adapter à des applications spécifiques tout en réduisant le poids et les besoins énergétiques [2].

Le marché des composites en est un de plusieurs milliards de dollars par année et la fibre de verre domine le marché. Elle est utilisée dans 95% des applications pour les composites thermoplastiques et thermodurcissables [2]. Cependant, l'approvisionnement mondial en ressources naturelles est en baisse et la demande de matières premières durables et renouvelables ne cesse d'augmenter. En 1997, environ 25 millions de tonnes de fibres synthétiques et environ 20 millions de tonnes de fibres naturelles ont été produites dans le monde. Après des décennies de développement de fibres synthétiques de haute performance tels que le carbone, l'aramide et le verre, les fibres naturelles, avec leurs nobles avantages (faible coût, faible densité, propriétés de résistance spécifiques acceptables, facilité de séparation, séquestration du dioxyde de carbone, biodégradabilité, etc.) ont acquis un regain d'intérêt, en particulier comme produit de remplacement de la fibre de verre [3-5].

De nos jours, l'accent est mis sur le développement de produits partiellement ou totalement écologiques et les composites à fibres naturelles (CFN) représentent une alternative réaliste aux plastiques renforcés par de verre [4]. Une solution respectueuse de l'environnement qui pourrait bien devenir le nouveau matériau du 21^{ème} siècle, puisqu'ils

représentent une solution partielle mais réelle aux nombreux problèmes environnementaux mondiaux [2]. En 2010, 315 kilotonnes de biocomposites étaient déjà utilisés dans l'industrie européenne, principalement dans les secteurs de la construction et de l'automobile, Figure 1.1. En 2020, cette quantité pourrait plus que doubler pour atteindre 1,32 mégatonnes [6].

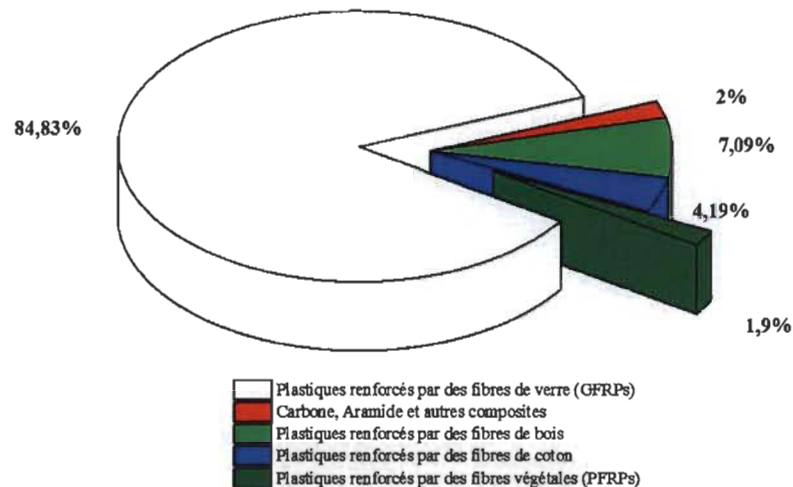


Figure 1.1: Marché des composites de l'UE en 2010 (Total : 2,4 mégatonnes) [6].

1.1.2 Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est défini comme un système composé de deux ou plusieurs constituants, dont les propriétés et les performances de la structure résultante sont supérieures à ceux des matériaux constitutifs pris de façon indépendante [1, 7]. Habituellement, l'une des deux phases est discontinue, plus rigide et plus résistante, connue sous le nom de "renfort", tandis que l'autre phase est continue, moins rigide et appelée "matrice" [7]. Celle-ci sert à transmettre les efforts entre les fibres (de fibre en fibre) afin de répartir les charges externes à l'ensemble des fibres constituant la pièce composite. Dans certains cas, il peut y avoir une phase supplémentaire, résultant de l'utilisation de produits chimiques, souvent utilisée pour améliorer la performance des deux phases principales ou comme agent de liaison entre les phases principales. Les

propriétés d'un composite dépendent des propriétés de ses constituants, la géométrie et la répartition des phases. Un des paramètres les plus importants est donc la fraction massique ou volumique des phases [8, 9]. La distribution des fibres du renfort a aussi un impact important sur les caractéristiques d'un composite. Un renfort moins homogène voit sa probabilité de défaillance augmenter dans ses parties les plus faibles, tandis que la géométrie et l'orientation du renfort a un impact sur l'isotropie du système [9]. Le choix des phases constitutives d'un composite dépend de leurs propriétés, de la possibilité de les assembler efficacement en un seul matériau, de leur coût et de l'application du composite lui-même. Dans le cas des composites à faible ou à moyenne performance, le renfort est généralement fabriqué à partir de fibres courtes ou de particules qui renforcent la matrice localement. Pour les composites à hautes performances, les renforts sont généralement fabriqués à partir de fibres longues et continues, aux propriétés élevées et où la charge est supportée principalement par les fibres, la matrice jouant essentiellement le rôle de support [7, 10].

Malgré les propriétés mécaniques élevées des fibres, la matrice est essentielle pour supporter et maintenir les fibres entre elles et ainsi assurer que la forme requise est donnée à la pièce finale [7]. Les matrices polymériques peuvent être de type thermodurcissable ou thermoplastique. Les résines thermodurcissables sont initialement sous forme liquide et caractérisées par une réaction chimique irréversible après l'ajout d'un catalyseur. Après polymérisation, une seule macromolécule tridimensionnelle aux liens chimiques forts (covalents) est obtenue à l'échelle de la pièce. Un thermodurcissable ne peut donc pas être fondu de nouveau pour retourner à l'état liquide. À l'inverse, les résines thermoplastiques sont initialement à l'état solide, caractérisées par l'enchevêtrement de chaînes polymériques plus ou moins longues, et peuvent être liquéfiées en augmentant la température au-delà du point de fusion. Une fois refroidies, elles récupèrent leur état solide initial (et leurs propriétés) et, par conséquent, offrent l'avantage de pouvoir être refondues et remoulées même après polymérisation [11].

1.1.3 Matériaux composites à fibres synthétiques

Dans les applications composites, la plupart des fibres utilisées sont de type synthétique. Le Tableau 1.1 résume les propriétés typiques des fibres les plus utilisées. On retrouve au premier rang les fibres de verre en raison de leur isotropie, associée à de bonnes propriétés mécaniques et un faible coût [12]. Les matériaux composites à fibres de verre et de carbone dominant aujourd'hui les industries de l'aérospatiale, de l'automobile et de la construction [4].

Tableau 1.1 : Propriétés typiques des fibres synthétiques [13].

Fibres	Densité ρ_f (g/cm ³)	Module d'Young E_f (GPa)	Contrainte en traction σ_f (MPa)	Déformation à la rupture ϵ_f (%)
Alumine (FP)	3.9	380	1400	0.4
Bore	2.65	420	3500	0.8
SiC (Nicalon)	2.6	250	2200	0.9
Carbone	1.86	380	2700	0.7
Verre - E	2.54	70	2200	3.1
Aramide	1.45	130	2900	2.5

1.1.3.1 Les fibres de verre

Les fibres de verre sont parmi les plus utilisées dans divers secteurs d'activité, telle que le bâtiment, l'industrie nautique et pour d'autres applications non structurales en aéronautique [14]. Le principal constituant est la silice (SiO₂) composant entre 53 et 65% de la fibre dépendant du type, combinée à d'autres constituants selon diverses proportions. Les fibres de verre se divisent donc en différents types et grades (A, AR, C, E, E-CR et S)

caractérisés par des propriétés mécaniques et chimiques différentes [13]. Les fibres de verre sont généralement sous forme de filaments isotropes continus de section constante. Ces filaments sont fabriqués par étirage de la matière première (silice, alumine etc...) portée à haute température ($> 1550\text{ }^{\circ}\text{C}$) afin d'être liquéfiée [14]. Les filaments sont assemblés sous forme de mèches et généralement transformés ultérieurement pour obtenir d'autres types de renforts, tels que des mats à fibres courtes ou des tissus.

1.1.3.2 Architecture des renforts

Le renfort est le constituant du composite qui supporte les charges externes appliquées sur la pièce. Bien les fibres soient produites sous forme de filaments (fibres continues) à des diamètres micrométriques ($d_f = 5 \text{ à } 24\text{ }\mu\text{m}$ pour le verre, $5 \text{ à } 7\text{ }\mu\text{m}$ pour le carbone et $12 \text{ à } 15\text{ }\mu\text{m}$ pour le Kevlar (fibre d'aramide)), les renforts se présentent généralement sous forme de fils individuels (mèches composées de plusieurs milliers de fibres), de mats et de tissus. Le choix d'une architecture est fonction du procédé de fabrication utilisé pour la pièce finale ainsi que de sa géométrie et des propriétés envisagées.

Les renforts à fibres synthétiques peuvent être classés sous trois groupes [13] [14]:

- Les mèches de filaments continus représentent la forme de fibre la plus disponible pour des applications structurelles.
- Les fibres discontinues sont généralement transformées sous forme de mats (CSM; Chopped Strand Mats), distribuées de façon aléatoire dans le plan et liées entre elles par un élément liant. Ce type de renfort améliore relativement peu la rigidité et la résistance du composite en raison de la faible fraction volumique de fibres atteignable, mais le composite résultant peut être considéré comme isotrope dans le plan.
- Les renforts textiles constituent une famille variée de plusieurs types de renforts adaptés aux applications composites. Ils sont fabriqués sur métiers à tisser capables de produire des tissus multidirectionnels. Une grande variété de tissus existe sur le marché. Ils sont préparés avec un nombre différent de fibres dans les directions chaîne et trame (sens rouleau et sens travers respectivement). Le choix d'un tissu

doit tenir compte des caractéristiques géométriques et des propriétés finales recherchées. Quelques types de tissus sont montrés à la Figure 1.2.

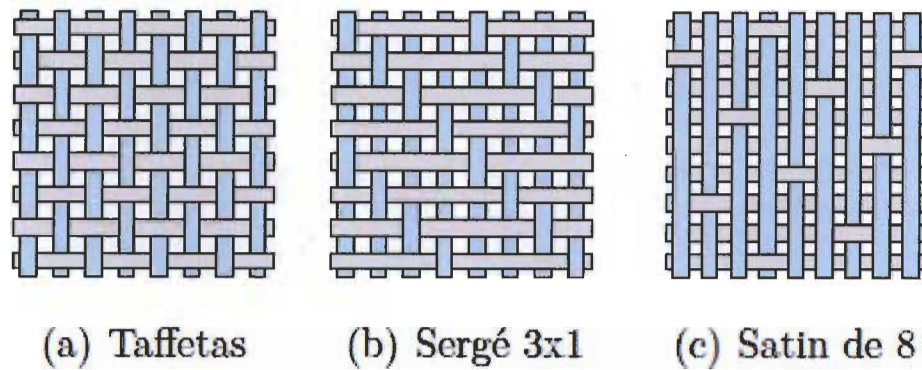


Figure 1.2. Quelques types de tissus [15].

1.1.3.3 Inconvénients des fibres synthétiques

Les composites à fibres synthétiques ont gagné en popularité grâce à leur légèreté, leur résistance à la corrosion et à la fatigue, ainsi que leur possibilité de s'adapter aux formes complexes. Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion, notamment le coût élevé des matières premières, la demande énergétique des procédés de fabrication, la gestion des déchets engendrés en fin de vie et leurs limites intrinsèques face à une réglementation de plus en plus stricte. Ceci met au défi l'industrie des composites qui se trouve dans l'obligation de mettre en place de nouvelles filières pour la gestion des déchets en fin de vie. Cet aspect est plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites. D'autre part, le coût élevé des procédés de recyclage, le faible rendement et la faible qualité de matière recyclée poussent les chercheurs et les pouvoirs publics à regarder vers les ressources renouvelables et biodégradables [16]. Avec des densités plus faibles et leur caractère biodégradable, les fibres naturelles (cellulosiques) peuvent apporter des propriétés mécaniques comparables à celles obtenues avec les fibres de verre, rivaliser avec celles-ci tout en étant plus respectueuses de l'environnement [3, 17, 18].

1.1.4 Matériaux composites à fibres végétales

L'industrie en général cherche évidemment à réduire sa dépendance aux combustibles et aux produits à base de pétrole. Dans le monde des composites des essais ont été réalisés pour utiliser des fibres végétales en remplacement du verre, principalement dans des applications non structurelles [19, 20]. De nombreuses composantes automobiles, fabriquées auparavant avec des fibres de verre, utilisent actuellement des renforts à fibres végétales [20, 21]. Celles-ci deviennent de plus en plus attrayantes pour l'industrie de la construction qui cherche continuellement à minimiser le poids et le prix des infrastructures [22, 23].

Dans le domaine du sport et loisirs, ce type de fibre se positionne remarquablement bien comme remplaçant potentiel de la fibre de verre pour la fabrication d'outils, de coques de bateaux, de kayaks, de cadres de bicyclettes et de raquettes de tennis [24]. Par conséquent, le potentiel d'utilisation des fibres végétales pour des composantes de moyenne et grande taille positionne celles-ci comme une alternative intéressante aux fibres synthétiques [18].

Actuellement, les fibres végétales sont utilisées avec les matrices thermoplastique ou thermodurcissable. Elles sont généralement utilisées sous forme de fibres courtes transformées en mats, principalement pour des pièces moulées par compression, ainsi que sous forme de granules pour des pièces obtenues par injection et extrusion. Les composites à fibres végétales courtes orientées ou non sont généralement caractérisés par des propriétés mécaniques faibles et limitées, dominées par les propriétés de la matrice plutôt que celles des fibres [25-29]. Pour des applications supportant des charges importantes, l'utilisation de renforts sous forme de fibres continues et alignées devient nécessaire afin d'exploiter les propriétés des fibres de façon optimale. Ainsi et comme pour les fibres synthétiques, les fibres végétales sont généralement transformées en fils ou mèches et utilisées pour fabriquer des tissus dont l'orientation des fils est bien contrôlée [30, 31].

Tableau 1.2: Comparaison entre les fibres végétales et synthétiques [32].

Propriétés	Fibres végétales	Fibres de verre	Fibres de carbone
Économiques			
Production mondiale (T/année)	31000000	4000000	55000
Coût de fibre brute (€ / kg)	Faible (~0.5–1.5)	Faible (~1.3–20.0)	Élevé (>12.0)
Techniques			
Densité (g/cm ³)	Faible (~1.35-1.55)	Élevée (2.50-2.70)	Faible (1.70-2.20)
E (GPa)	Modéré (~30-80)	Modéré (70-85)	Élevé (150-500)
σ (GPa)	Faible (~0.4-1.5)	Modérée (2.0-3.7)	Élevée (1.3-6.3)
ε (%)	Faible (~1.4-3.2)	Élevée (2.5–5.3)	Faible (0.3-2.2)
$E_{\text{spécifique}}$ (GPa / gcm ⁻³)	Modéré (~20-60)	Faible (27-34)	Élevé (68-290)
$\sigma_{\text{spécifique}}$ (GPa/gcm ⁻³)	Modérée (~0.3-1.1)	Modérée (0.7-1.5)	Élevée (0.6-3.7)
Écologiques			
Consommation d'énergie (MJ/ kg)	Faible (4 -15)	Moyenne (30-50)	Élevée (>130)
Source renouvelable	Oui	Non	Non
Recyclable	Oui	Partiellement	Partiellement
Biodégradable	Oui	Non	Non

Le coût du renfort dépend alors de la fibre utilisée, de son poids par mètre carré, et de la répartition des fibres dans le plan: fibres courtes, fibres longues, mats, tissus,

unidirectionnelle ou multiaxiale. Le Tableau 1.2 compare les fibres végétales et synthétiques en termes économiques, techniques et écologiques. On peut constater que les fibres végétales sont les moins chères et possèdent tout de même de bonnes propriétés mécaniques. Le coût des fibres de carbone dépend fortement de leur module d'élasticité: plus le module d'élasticité est élevé, plus le coût est élevé. En doublant le module d'élasticité des fibres, le coût peut également être trois à quatre fois plus élevé [1].

1.1.4.1 La fibre végétale

La fibre végétale est l'une des variétés de fibres naturelles obtenues à partir des tiges, feuilles, racines, fruits et graines de plantes. D'un point de vue technologique et commercial le coton, le kenaf, le sisal, le lin, le palmier et le coco occupent une place importante [33]. Des considérations de coût et de respect de l'environnement font de ces fibres une alternative attrayante pour les applications composites [34].

L'utilisation des fibres végétales dans des applications commerciales a augmenté considérablement au cours des 15 dernières années, principalement pour remplacer les fibres de bois dans des applications non structurales [35]. Une des difficultés empêchant une utilisation plus étendue des fibres végétales dans les composites est liée à leurs faibles propriétés mécaniques, à une forte variabilité de celles-ci, ainsi qu'à leur faible adhésion à la plupart des matrices polymériques. Les fibres naturelles étant hydrophiles, elles adhèrent peu à une matrice plutôt hydrophobe, ce qui provoque une perte des propriétés [4, 27]. En effet, les propriétés mécaniques d'un composite dépendent non seulement des propriétés de ses constituants, mais également des propriétés de l'interface fibre-matrice, lesquelles jouent un rôle très important dans le transfert de contrainte de la matrice à la fibre [36-39].

Les fibres végétales sont caractérisées par une faible densité (~ 1.30 à 1.55 gcm^{-3}) comparativement aux fibres de verre (2.60 gcm^{-3}), ce qui permet une réduction du poids du composite de 30 à 40% [40]. Les fibres végétales se distinguent donc des fibres synthétiques en termes de rigidité et de résistance spécifique. Ceci est mis en valeur par Ashby [41] (Figure 1.3) qui présente les modules et résistances spécifiques en traction de

différentes fibres naturelles et synthétiques. Des fibres végétales comme le lin, le chanvre et le jute possèdent un module spécifique plus élevé que les fibres de verre avec une résistance spécifique similaire au verre, bien que celle-ci demeure inférieure à celle des fibres d'aramide et de carbone.

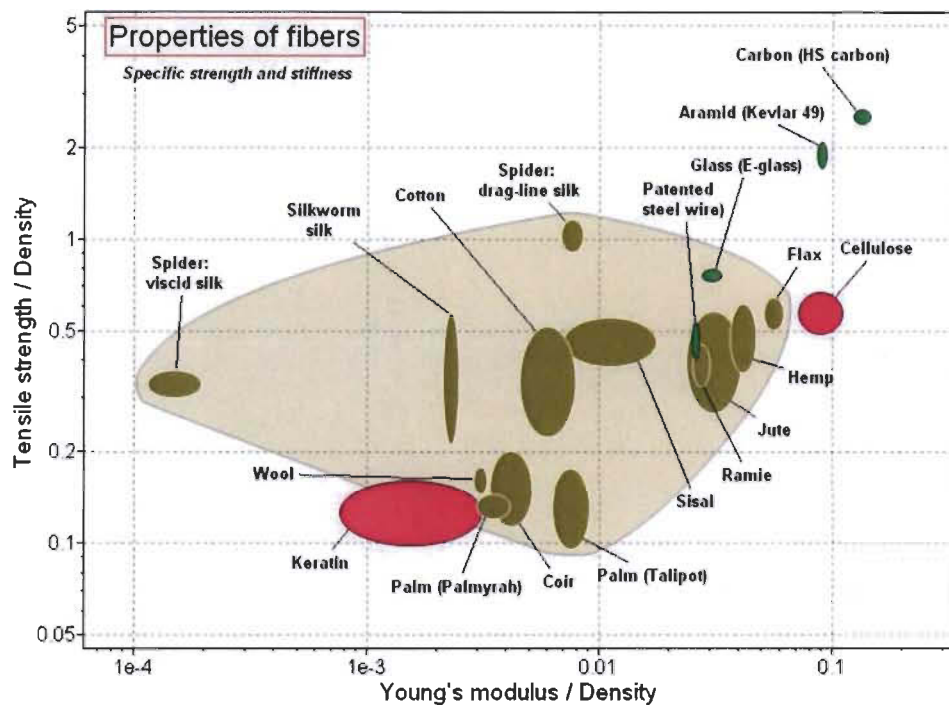


Figure 1.3 : Propriétés spécifiques des fibres naturelles et fibres synthétiques [41].

En fait et selon le Tableau 1.3, les fibres de lin possèdent un module et une déformation à la rupture comparables (parfois même supérieures) à celles des fibres de verre. En particulier, la résistance à la traction des fibres de lin, bien que supérieure aux autres fibres végétales, reste largement inférieure à celle du verre, d'où l'importance de considérer les propriétés intrinsèques dans le choix des matériaux.

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont fondamentalement influencées par leurs propriétés chimiques et physiques. Chaque fibre est une cellule unique avec une

paroi épaisse entourant une cavité luminale centrale. La forme et les dimensions de la section transversale des cellules sont très variables [42].

Généralement, les fibres végétales élémentaires se présentent en forme de faisceaux, où les parois cellulaires des deux cellules adjacentes sont consolidées ensemble par une couche de pectine. Comme le montre la Figure 1.4, la fibre élémentaire est composée d'une paroi primaire (P) mince et d'une paroi secondaire (S) épaisse, elle-même composée de trois sous-couches (S1, S2, S3) [42-44]. La paroi cellulaire primaire représente moins de 2% de l'épaisseur totale de la paroi de la fibre, tandis que la paroi cellulaire secondaire représente un maximum de 90%. La paroi cellulaire S2 est la sous-couche principale qui représente plus de 80% de l'épaisseur totale. La cavité luminale centrale représente plus que 25% de la surface de la section transversale de la fibre [45].

Tableau 1.3 : Propriétés mécaniques des diverses fibres végétales [27, 42].

Fibre	Densité ρ (g/cm⁻³)	E (GPa)	E_{spécifique} (GPa/gcm⁻³)	σ (MPa)	$\sigma_{spécifique}$ (MPa/gcm⁻³)	ϵ (%)
Lin	1.45-1.55	28-100	19-65	343-1035	237-668	2.7-3.2
Chanvre	1.45-1.55	32-60	22-39	310-900	214-581	1.3-2.1
Jute	1.35-1.45	25-55	19-38	393-773	291-533	1.4-3.1
Sisal	1.40-1.45	9-28	6-19	347-700	248-483	2.0-2.9
Ananas	1.44-1.56	6-42	4-27	170-727	118-466	0.8-1.6
Banane	1.30-1.35	8-32	6-24	503-790	387-585	3.0-10.0
Coton	1.50-1.60	5-13	3-8	287-597	191-373	6.0-8.0
Coir	1.10-1.20	4-6	3-5	131-175	119-146	15.0-30.0
Palmiers	0.70-1.55	3-4	2-4	248	160-354	25.0
Bambou	0.60-1.10	11-30	18-27	140-230	210-233	1.3
Pâte de bois	1.30-1.50	40	26-31	1000	667-769	4.4
E-verre	2.55	78.5	31	1956	767	2.5

Les fibres végétales peuvent elles-mêmes être considérées comme des composites puisque que leur paroi cellulaire est composée de microfibrilles de cellulose semi-cristalline immergée dans une matrice amorphe composée de lignine et d'hémicellulose [42-44]. Les microfibrilles de cellulose sont orientées d'un angle θ par rapport à l'axe de la fibre et enroulées de manière hélicoïdale autour de la paroi cellulaire. Les parois cellulaires sont également constituées de molécules d'hémicellulose et de lignine hétérogènes, non linéaires et hautement ramifiés.

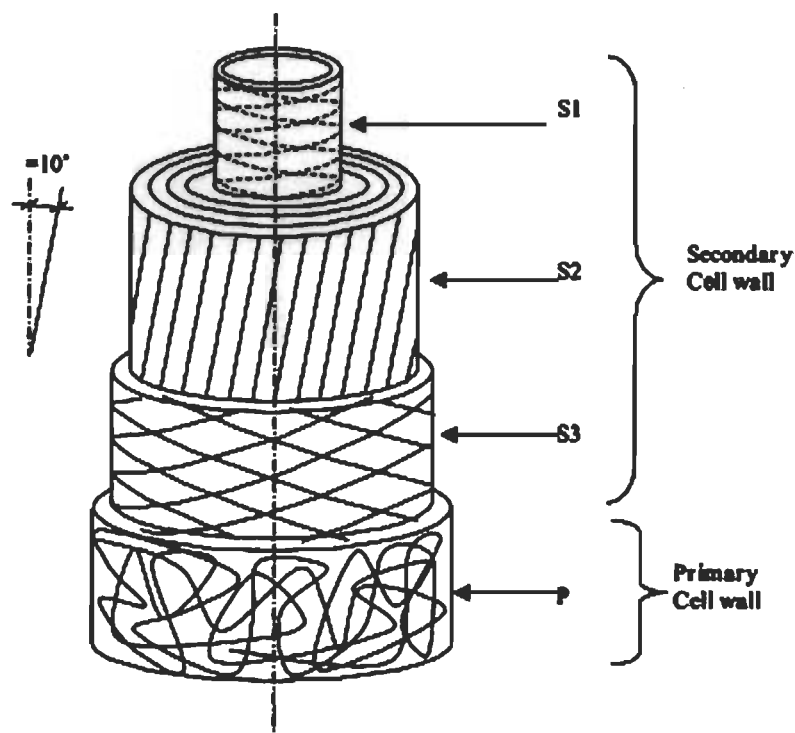


Figure 1.4 : Structure multi-échelle de la fibre de lin [43].

Il est évident que la composition chimique et les paramètres microstructuraux (teneur en cellulose, cristallinité de la cellulose, angle des microfibrilles et le rapport d'aspect) d'une fibre végétale affectent fortement ses propriétés mécaniques. Le Tableau 1.4 présente les valeurs typiques des paramètres critiques de la structure de différentes fibres végétales.

Plusieurs auteurs ont rapporté que le diamètre d'une fibre a un effet sur ses propriétés mécanique et que les faibles diamètres conduisent également à une amélioration de leur

rigidité en traction. Ce phénomène est expliqué dans la littérature par l'augmentation de la taille de la cavité luminale centrale avec l'augmentation du diamètre, provoquant une diminution de la rigidité en traction de la fibre. Toutefois, les paramètres structuraux (tels que l'angle des microfibrilles) étant fonction du diamètre de la fibre, ces derniers sont peu susceptibles d'expliquer la relation entre le module et le diamètre de la fibre. En effet, pour un type de fibre donné, son diamètre influence tant ses propriétés mécaniques que sa microstructure, mais la qualité globale est elle-même influencée par les conditions de croissance de la plante, le procédé d'extraction de la fibre et les traitements appliqués [23, 45, 46].

Tableau 1.4 : Propriétés des fibres végétales [42, 47].

Fibre	Teneur en cellulose $w_t(\%)$	Cristallinité de la cellulose (%)	θ (°)	Rapport d'aspect $\frac{l_f}{d_f}$	Porosité luminale (%)
Lin	64-71	50-90	5-10	1750	2-11
Chanvre	70-74	50-90	2-6	900	2-11
Jute	61-72	50-80	8	100	10-16
Sisal	66-78	50-70	20-25	100	10-22
Ananas	70-82	44-60	10-15	450	10-22
Banane	44-64	45-55	10-12	150	35-53
Coton	85-93	64-90	46	1000	5
Coir	32-43	27-33	30-49	35	30-50
Palmiers	40-50	20-30	42-46	150	5-10
Pâte de bois	40-60	60-70	10-25	50	20-70

1.1.4.2 Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales

Une étude bibliographique approfondie a été menée par Darshil [48], et le Tableau 1.5 montre l'effet de V_f sur les propriétés en traction de composites renforcés par des fibres végétales (lin, chanvre et jute). L'auteur explique clairement les effets de la géométrie, du type de renfort (granulés, non-tissés à fibres courtes aléatoires, fibres longues alignés unidirectionnel et multiaxiale), du type de matrice (thermoplastique ou thermodurcissable), et de la technique de fabrication (moulage par injection, moulage par compression, drapage à la main, infusion sous vide, moulage par transfert de résine (RTM) et moulage de pré-imprégnés), sur les propriétés des composites testés. L'étude montre une forte dépendance des propriétés mécaniques au type de renfort ainsi qu'au procédé de fabrication du composite.

Tableau 1.5: Comparaison des propriétés mécaniques de différents renforts [48].

Type de renfort	Composite	V_f (%)	E (GPa)	σ (MPa)
Fibres courtes aléatoirement orientées (2D)	Lin/PP	40	8.8	57
	E-verre/PP	22	6.2	89
	Lin/UP	21	11	80
	E-verre/UP	20	8.5	95
Fibres longues unidirectionnelles	Lin/PP	43	26.9	251
	E-verre/PP	35	26.5	700
	Lin/UP	58	29	304
	E-verre/UP	42	30.6	695
	Lin/Époxy	42	35	280
	E-verre/Époxy	48	31	478

PP : polypropylène, UP : polyester insaturé

Les conclusions et observations tirées de cette étude sont aussi généralisées par la représentation d'Ashby permettant de classifier les composites à fibres végétales sous quatre catégories selon leurs propriétés mécaniques. La représentation d'Ashby (Figure 1.5) montre clairement que les composites moulés par injection ont des propriétés mécaniques plus faibles, comparables aux propriétés de la matrice, et inférieures à celles des renforts non tissés à fibres courtes aléatoirement orientées ainsi qu'aux renforts textiles, qui ont eux-mêmes des propriétés inférieures à celles des unidirectionnels.

La Figure 1.5 montre également l'effet du type de matrice utilisée. On observe que les composites fabriqués avec des matrices thermodurcissables ont de meilleures propriétés mécaniques que des composites fabriqués avec des matrices thermoplastiques. En outre, la technique de fabrication peut avoir un effet notable sur les propriétés mécaniques, en particulier dans le cas des composites à fibres végétales unidirectionnelles.

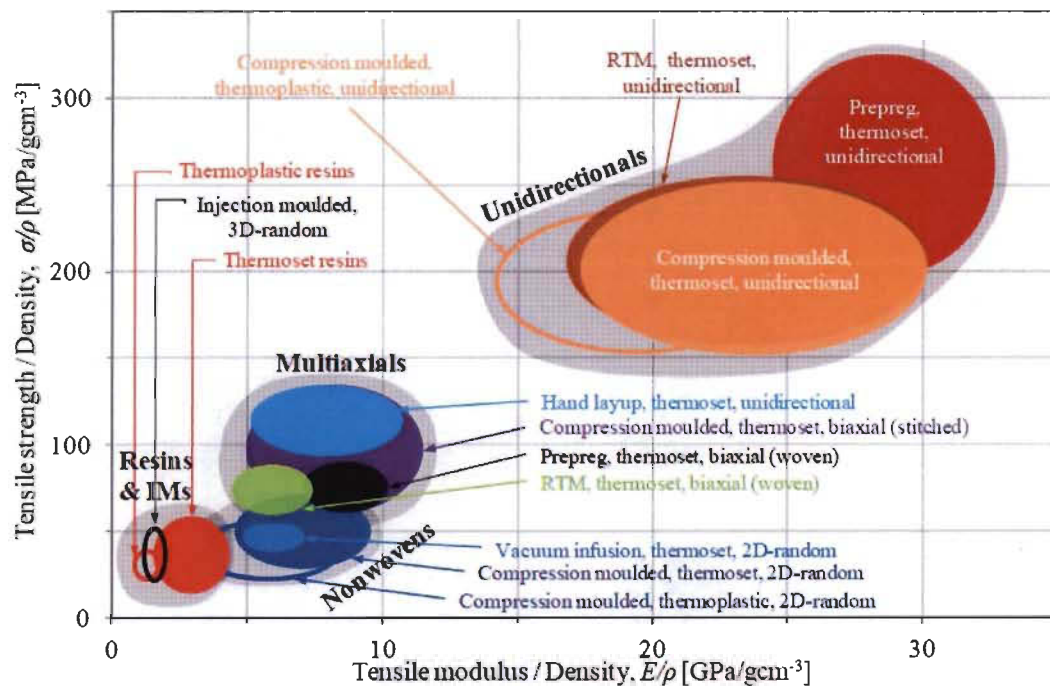


Figure 1.5: Influence du procédé de fabrication sur les propriétés en traction des composites [41].

1.1.4.3 La fibre de lin : origine et propriétés

Les fibres de lin proviennent de la plante de lin, largement cultivée en Europe de l'ouest où la température quotidienne est généralement inférieure à 30 °C [49]. Cette plante a un cycle de vie de 90 à 125 jours, un diamètre de tige de l'ordre de 1 à 2 mm et une hauteur d'environ 80 cm [50]. Contrairement aux fibres synthétiques, la fibre de lin est discontinue et sa structure représente un composite en soit [51]. La Figure 1.6 donne une représentation schématique des différents constituants de la fibre de lin, de la tige à la microfibrille. La fibre technique est constituée d'un ensemble de 10 à 40 fibres élémentaires. Ces dernières ont une longueur comprise entre 2 et 5 cm, et un diamètre entre 5 et 35 μm . Les fibres élémentaires se chevauchent sur une longueur considérable et sont collées ensemble par une phase (matrice) constituée principalement de pectine et d'hémicellulose.

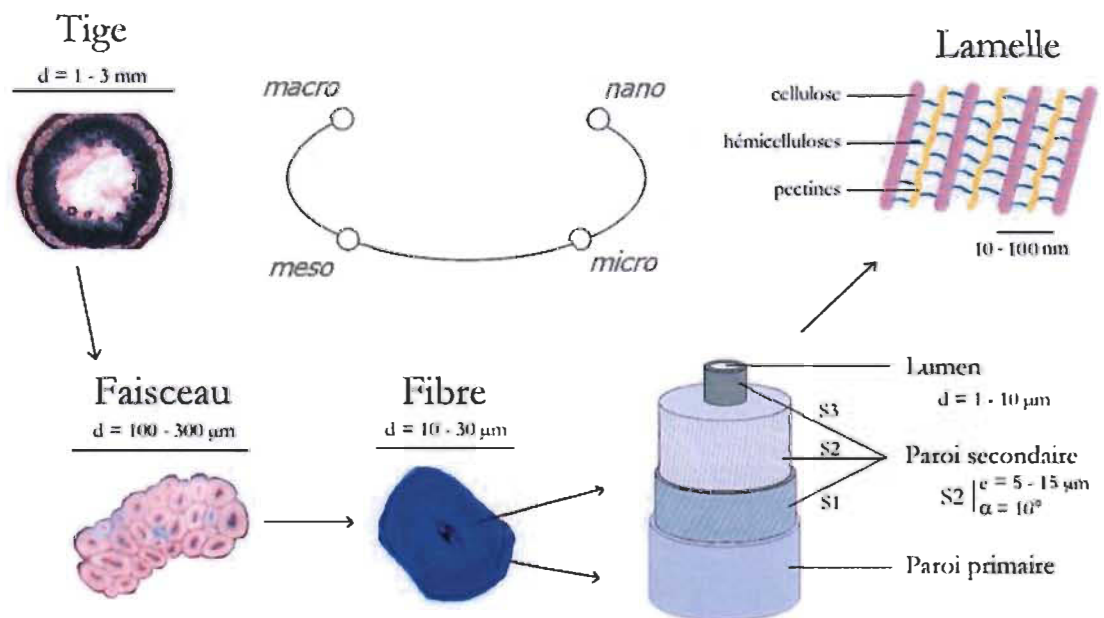


Figure 1.6 : Représentation schématique d'une fibre de lin, de la tige à la microfibrille [16, 52].

Comparativement à d'autres fibres naturelles, les fibres de lin sont caractérisées par des propriétés mécaniques élevées (Tableau 1.3). Ceci peut être dû au fait que la fibre technique de lin est constituée de plus longues fibres élémentaires et celles-ci possèdent de plus faibles orientations des microfibrilles par rapport au reste des fibres naturelles [53]. Les propriétés en traction des fibres élémentaires de lin dépendent du diamètre de la fibre. Le Tableau 1.6 présente les variations des différentes propriétés mécaniques de la fibre de lin en fonction de son diamètre. Ces variations sont attribuées à la variation de la taille du lumen entre les fibres de différents diamètres [53].

La dégradation des fibres de lin est un aspect crucial dans le développement des matériaux composites à fibres naturelles. La température de cuisson (dans le cas des thermodurcissables) et la température d'extrusion (dans le cas des thermoplastiques) peuvent mener à cette dégradation [49].

Tableau 1.6: Variation des propriétés en traction de la fibre de lin [54-57].

Diamètre (μm)	ρ (g/cm^3)	σ (MPa)	E (GPa)	ϵ (%)
12-600	1.4-1.5	343-2000	27.6-103	1.2-3.3
10-60	1.52	840	100	1.8
17.8 \pm 5.8	1.53	1339 \pm 486	58 \pm 15	3.27 \pm 0.4
12-34	1.4-1.5	1100	89 \pm 35	*
12.9 \pm 3.3	1.4-1.5	1111 \pm 544	71.7 \pm 23.3	1.7 \pm 0.6
15.8 \pm 4.1	1.4-1.5	733 \pm 271	49.5 \pm 3.2	1.7 \pm 0.6
13.7 \pm .7	1.4-1.5	899 \pm 461	55.5 \pm 20.9	1.7 \pm 0.6
15.8 \pm 4.5	1.4-1.5	808 \pm 442	51.1 \pm 15	1.6 \pm 0.4
15 \pm 0.6	1.53	1381 \pm 419	71 \pm 25	2.1 \pm 0.8

1.1.4.4 Composites à fibres de lin

Les fibres de lin utilisées comme renfort pour les matériaux composites sont généralement transformées sous forme de mats, mèches, fils et tissus et très peu utilisées sous forme de monofilaments (Figure 1.7) [58, 59]. À ce jour, une variété de techniques de fabrication développées pour les composites à fibres synthétiques, tels que l'infusion sous vide, le moulage par compression, le moulage par transfert de résine (RTM) et le moulage par injection sont réutilisées pour les composites à fibres naturelles [60]. Le choix d'une technique de fabrication devrait prendre en considération plusieurs paramètres, y compris les propriétés ciblées, la taille et la forme des pièces, les propriétés des matières premières et les coûts de fabrication [61].

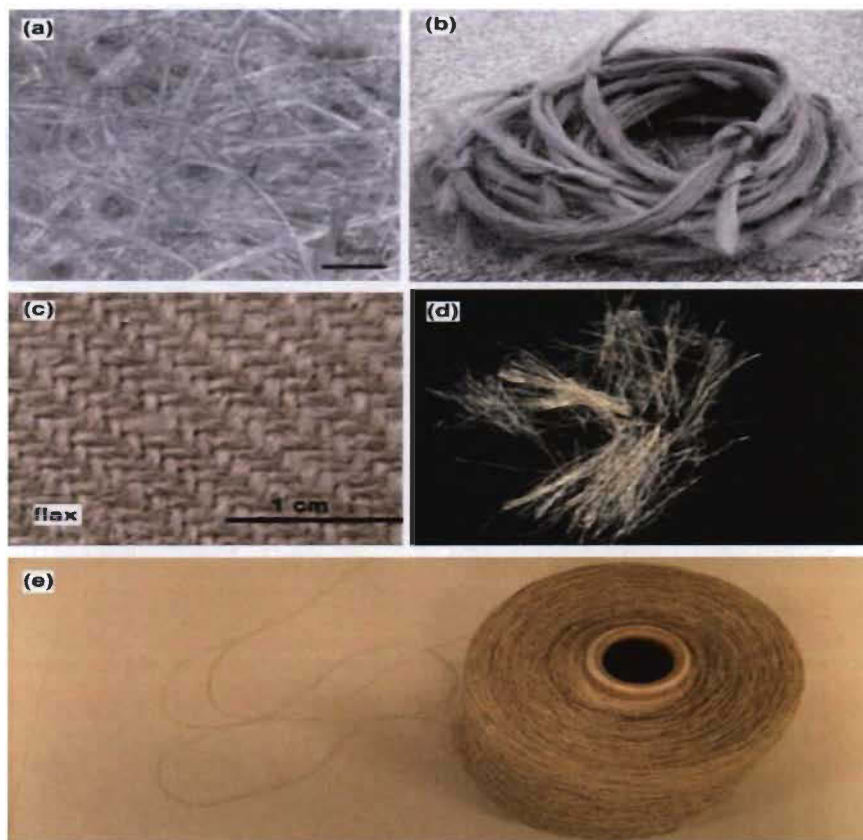


Figure 1.7 : Configurations de lin : (a) mat, (b) mèche, (c) tissu, (d) fibre monofil et (e) fil.

La surface de la fibre de lin est par nature recouverte d'une fine couche de cire, ce qui réduit fortement l'accessibilité des groupes hydroxyles réactifs. Elle contient également de la pectine, de la cellulose et d'autres composants de la paroi de la fibre. L'élimination de la couche de cire modifie son caractère hydrophile et favorise sa réactivité avec différentes substances [53].

Les propriétés mécaniques des composites lin-époxy ont été largement étudiées [17, 44, 60, 62-66]. Comme matrice dans les composites, les résines époxy présentent des propriétés mécaniques élevées (résistance et module en traction et en compression) et une résistance à la dégradation lorsque mise en contact avec les solvants présents dans l'environnement [60]. De plus, les résines époxy peuvent facilement réagir avec les groupes hydroxyles de la fibre de lin.

Van Weyenberg et al. [67] ont étudié l'effet du traitement alcalin sur les propriétés en flexion d'un composite lin unidirectionnel / époxy et les résultats ont démontré que l'alcalinisation de la fibre de lin est une méthode simple et efficace pour améliorer la liaison fibre / matrice et ainsi augmenter les propriétés en flexion. Hughes et al. [68] étudient le comportement en traction du même type de composite et établissent la relation entre la contrainte et la déformation en tenant compte de l'adhérence entre les fibres et la matrice. Muralidar et al. [69, 70] démontrent que les charges en compression sont principalement supportées par la matrice tandis que les celles en traction sont fortement influencées par la fraction volumique de fibres. Oksman [63] montre que les composites lin arctique / époxy ont des propriétés mécaniques supérieures à celles des composites verre / époxy avec une résistance en traction maximale de 280 MPa et un module spécifique de 29 GPa/g·cm⁻³.

1.1.4.5 Caractéristiques particulières des renforts unidirectionnels

Les fibres végétales unidirectionnelles alignées présentent un potentiel important. Cependant, en raison de la faible longueur des fibres techniques, la fabrication d'un renfort à fibres unidirectionnelles exige de regrouper les fibres unitaires sous forme de mèches [40, 71, 72]. Cette transformation nécessite de tordre un certain nombre de fibres,

produisant une mèche à structure torsadée, où la torsion est le mécanisme de liaison primaire. Cette opération constitue une étape dans la chaîne de préparation du renfort, avec des coûts supplémentaires réduisant quelque peu leur potentiel par rapport aux fibres de verre.

Un effet très important de la torsion sur les propriétés mécaniques du composite résultant ainsi que sur le comportement à l'imprégnation des renforts est soulevé dans plusieurs études [40, 71, 73, 74]. En premier lieu, la torsion des fibres affecte le transfert de contrainte entre les fibres d'une mèche et par conséquent la contrainte de la mèche elle-même. En deuxième lieu, la torsion de la mèche réduit sa perméabilité et limite l'imprégnation du renfort, ce qui favorise la formation de vides à l'intérieur du composite et réduit par conséquent sa performance mécanique.

L'effet de l'angle de torsion sur les propriétés mécaniques a été étudié par Goutianos et al. [73]. Ils ont démontré une baisse de 70% de la résistance à la traction d'un composite à matrice époxy renforcée par des mèches torsadées de lin, par rapport aux composites de utilisant des fils à faible torsion.

1.2 Problématique et objectifs

1.2.1 Développement d'un nouveau renfort UD lin/papier

Lebrun et al. [75] ont utilisé une nouvelle approche dans la fabrication de renforts à fibres végétales unidirectionnelles, qui consiste à assembler des mèches de fibres de lin à faible niveau de torsion avec une couche de papier constituée de fibres courtes de pâte Kraft. L'idée derrière ce nouveau type de renfort est d'utiliser la couche de papier comme un liant pour maintenir la cohésion et l'alignement des fibres unidirectionnelles pour sa manipulation et pendant le moulage. Cette approche de fabrication offre aussi la possibilité de fabriquer le renfort sur une machine à papier, ce qui présente des avantages importants face aux procédés de fabrication traditionnels : une production en continue à

haut volume et le contrôle de la qualité du renfort grâce aux nombreux instruments de mesure placés sur la ligne de production.

Finalement l'étude des propriétés mécaniques des composites obtenus des renforts a démontré que la présence du papier contribue de manière significative à la réduction de la variabilité des propriétés mesurées, en particulier la contrainte à la rupture.

1.2.2 Capacité d'imprégnation du nouveau renfort

Des mesures de perméabilité planaire du renfort UD lin/papier ont été effectuées par Lebrun et al. et les résultats sont présentés dans la figure 1.8 [75]. Il s'avère qu'une couche papier de grammage commercial possède une perméabilité beaucoup plus faible que la couche de lin du renfort et par le fait même elle influence négativement la capacité d'imprégnation du renfort UD lin-papier (Figure 1.8).

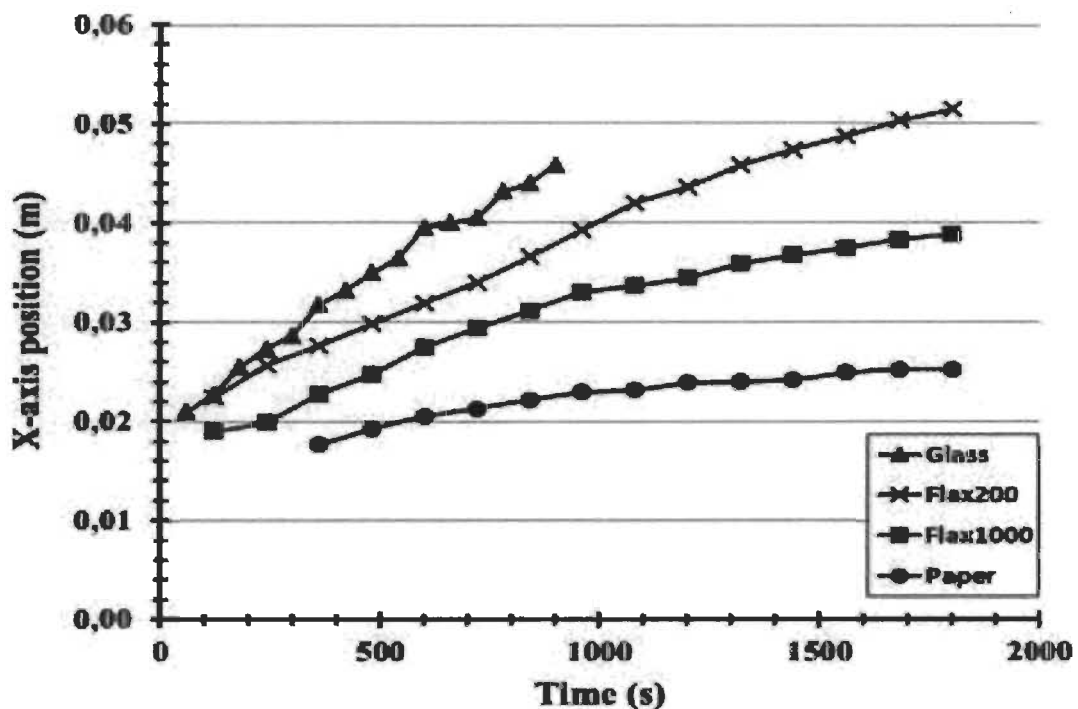


Figure 1.8 : Comparaison de la position du front d'écoulement en fonction du temps pour divers type de renfort pour les composites [75].

1.2.3 Objectifs de ce travail

La faible perméabilité du papier, qui influence négativement la capacité d'imprégnation du renfort UD lin-papier, et son comportement à l'imprégnation constitue la problématique initiale de cette thèse. L'objectif primordial de ce travail est d'optimiser la perméabilité de la couche papier. Divers sous objectifs en permettent l'atteinte :

a) Comprendre les phénomènes liés à la perméabilité d'un renfort de fibres naturelles.

Dans cette thèse nous allons premièrement étudier les phénomènes liés à la perméabilité d'un renfort sec de fibres végétales pour ainsi mieux comprendre comment optimiser son imprégnation. Des études de porosité devront entre autre être effectuées.

b) Identifier les paramètres qui influencent plus spécifiquement la perméabilité du papier.

Il est important de bien cerner les paramètres de la couche papier (matériaux et procédé) qui influencent sa propre perméabilité, pour ensuite vérifier comment ces mêmes paramètres influencent la perméabilité globale du nouveau renfort. Des plans d'expérience seront conçus pour identifier la nature de l'influence des divers paramètres

c) Proposer des alternatives matériaux-procédés pour la couche papier.

Une fois les paramètres identifiés, l'optimisation des propriétés d'imprégnation du renfort pourra s'effectuer. On pourra potentiellement proposer des matériaux autres que la fibre de Kraft et des procédés autres que le simple assemblage par pression des couches séparées UD lin et papier.

d) Vérifier le comportement mécanique et l'endommagement des composites résultants.

L'optimisation de la perméabilité ne peut se faire au détriment des propriétés mécaniques. Il faut donc vérifier ces dernières pour chaque solution proposée. On devra non seulement vérifier les propriétés de base (traction-flexion) mais également comprendre comment les nouveaux assemblages de fibres influencent l'endommagement du composite résultant lors des divers essais mécaniques. Des tests d'émission acoustique permettront de mieux comprendre ces effets sur les mécanismes d'endommagement.

1.2.4 Contenu de la thèse

Le travail décrit dans cette thèse constitue une suite logique dans le développement du nouveau renfort UD-lin/papier développé au Laboratoire de mécanique et éco-matériaux (LMEM) de l'UQTR [75]. Une partie de ce travail a également été effectuée au Centre de recherche en plasturgie et composites (CREPEC) de l'École Polytechnique de Montréal.

Le chapitre suivant présente une revue de littérature scientifique sur des thèmes pertinents à cette thèse. On y retrouve en particulier une section sur les procédés de fabrication des matériaux composites à fibres végétales, sur les méthodes de mesure de la perméabilité et de la porosité des renforts secs, ainsi que sur les propriétés mécaniques en traction des composites à fibres végétales. L'effet des propriétés du papier sur la perméabilité globale du renfort est étudié au chapitre 3. On y présente également une étude d'optimisation de la perméabilité de la couche papier. Au chapitre 4, un nouveau renfort de type mat à fibres courtes de lin caractérisé par une perméabilité supérieure à celle du papier est étudié. L'étude porte principalement sur la perméabilité des mats à différentes fractions volumiques de fibres ainsi que sur les propriétés mécaniques des composites obtenus de ces mats lorsqu'utilisé comme renfort dans une matrice époxy. On étudie aussi l'endommagement des composites obtenus en utilisant la technique d'émission acoustique couplée aux tests de caractérisation mécanique classiques. Dans le cinquième chapitre, la couche de papier est totalement remplacée par le nouveau mat. Les mêmes tests de caractérisation sont répétés afin de valider à quel point le nouveau renfort UD lin/ mat lin permet l'atteinte des objectifs.

CHAPITRE II : Revue de la littérature scientifique

2.1 Procédés de mise en œuvre des composites à fibres végétales

Une exigence essentielle dans le choix du procédé de mise en œuvre d'un composite est qu'il permette de réduire au minimum la formation de vides. Une autre exigence, tout aussi importante, est qu'il doit assurer une distribution uniforme de la résine et des fibres dans le moule. Ces deux exigences sont généralement couplées avec le coût et la flexibilité dans la fabrication de différents types de composites [76]. Face aux avantages des composites en termes de rigidité, de résistance et de réduction de poids, l'augmentation correspondante des coûts des matériaux et des procédés de fabrication doit être prise en compte [77]. Plusieurs techniques de fabrication sont disponibles pour mettre en œuvre une grande variété de renforts et de résines, dont les principaux sont regroupés dans la Figure 2.1 [9].

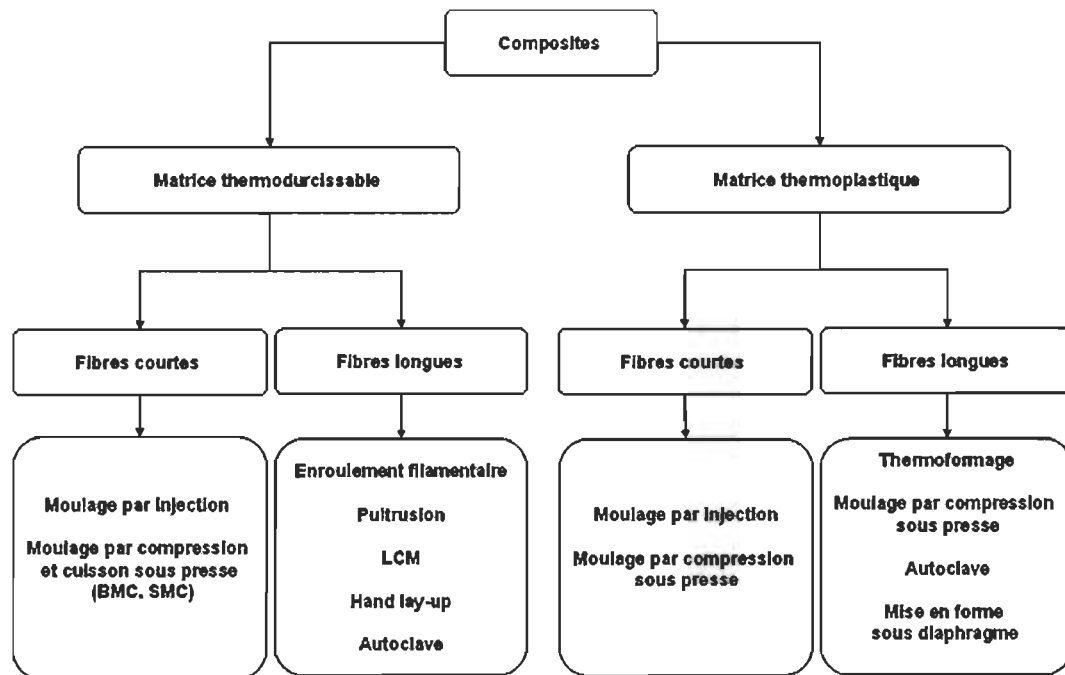


Figure 2.1 : Différents procédés de fabrication des composites à matrice polymère.

Les données du marché des composites de l'UE en 2010 ont montré que jusqu'à 30% des composites à fibres végétales étaient fabriqués avec des matrices thermodurcissables, le reste utilisant des matrices thermoplastiques. Ces données montrent la tendance générale à favoriser l'utilisation de matrices thermoplastiques puisque ces dernières donnent lieu à des procédés plus propres, sans produits toxiques tout en facilitant le recyclage de la pièce fabriquée. Les matrices thermoplastiques sont aussi caractérisées par un coût plus faible pour une production à haut volume [26].

Néanmoins, les matrices thermodurcissables peuvent être plus appropriées pour les fibres végétales dans les applications structurelles, puisqu'elles possèdent des propriétés mécaniques supérieures et forment des liaisons moléculaires fortes avec les fibres. Les matrices thermodurcissables peuvent aussi être moulées à basse température du procédé, n'atteignant pas la température de dégradation des fibres, et leur faible viscosité conduit à une plus faible porosité dans la pièce et des meilleures propriétés aux interfaces fibres-matrice [48]. Le Tableau 2.1 donne les caractéristiques générales de certains procédés de moulage des composites.

Tableau 2.1: Principales caractéristiques des techniques de fabrication [48].

Technique de fabrication	Pression de Consolidation (bar)	Fraction volumique des fibres (%)	Type de matrice
Moulage par injection	>1000 bar	Jusqu'à 45%	Thermoplastiques
Moulage par compression	Jusqu'à 40 bar	Jusqu'à 85%	Thermoplastiques ou Thermodurcissables
Pré-imprégnation	0-10 bar	Jusqu'à 60%	Thermodurcissables
RTM	0-4 bar	Jusqu'à 60%	Thermodurcissables

Le procédé de fabrication des composites à fibres végétales a un effet sur les propriétés mécaniques résultantes. L'effet des différents procédés utilisés sur le module et la contrainte à la rupture des composites faits de différentes configurations des fibres est montré à la Figure 1.5. La technique des pré-imprégnés consolidés à l'autoclave est la plus appropriée pour les composites thermodurcissables renforcés par des fibres unidirectionnelles, suivie par le procédé RTM, qui offre de meilleures propriétés que le procédé de moulage par compression. Le choix de la technique de fabrication des composites dépend souvent de la fraction volumique de fibres (V_f) désirée, de la valeur maximale de V_f que peut atteindre le procédé, du type et de la forme du renfort et finalement des propriétés de la matrice et du coût de la pièce finale. Le Tableau 2.2 compare qualitativement différents procédés en termes de coûts, taux de production, complexité et résistance de la pièce finale.

Tableau 2.2: Comparaison des procédés de fabrication des composites [48].

Manufacturing Process	Equipment Costs	Rate of Production	Part Strength	Part Complexity	Possible Fiber Forms
Hand Lay-up	L	L	L	H	R,C
Tape Lay-up (Manual)	L	L	-	N	C
Tape Lay-up (Automated)	H	H	-	M	C
Vacuum Bag Moulding	L	M	M	H	R,C
Autoclave Moulding	H	M	H	M	C
Filament Winding	M	M	H	L	C
Pultrusion	H	H	H	L	C
Compression Moulding	H	H	-	H	R,C
Resin Transfer Moulding (RTM)	M	M	-	H	R,C
Resin Injection Moulding (RIM)	M	H	-	H	R,C
Injection Moulding (IM)	H	H	L	H	R
Random Fibre Performs	M	L	L	H	R
3-D Woven/Braided Performs	H	M	H	H	C

H: High, M: Medium, L: Low, R: Random and C: Continuous.

2.1.1 Pré-imprégnation

Certains procédés sont basés sur l'utilisation d'un renfort fibreux pré-imprégné avec une résine. La fabrication d'un composite avec ce procédé est généralement basée sur quatre étapes: pré-imprégnation, empilement des couches du renfort, application du vide et durcissement de la résine (montage du Figure 2.2). La plupart des pré-imprégnés sont fabriquées par thermofusion "hot melt", qui consiste à appliquer la quantité souhaitée de résine sous forme de film à une ou les deux faces du renfort. L'imprégnation des fibres est obtenue en utilisant des rouleaux de compression chauffés. La mise sous vide du renfort pré-imprégné est obligatoire afin d'assurer un durcissement adéquat du stratifié. Finalement, une étape de thermo-durcissement définie par des cycles de température et de pression permet de donner au stratifié sa rigidité finale [78].

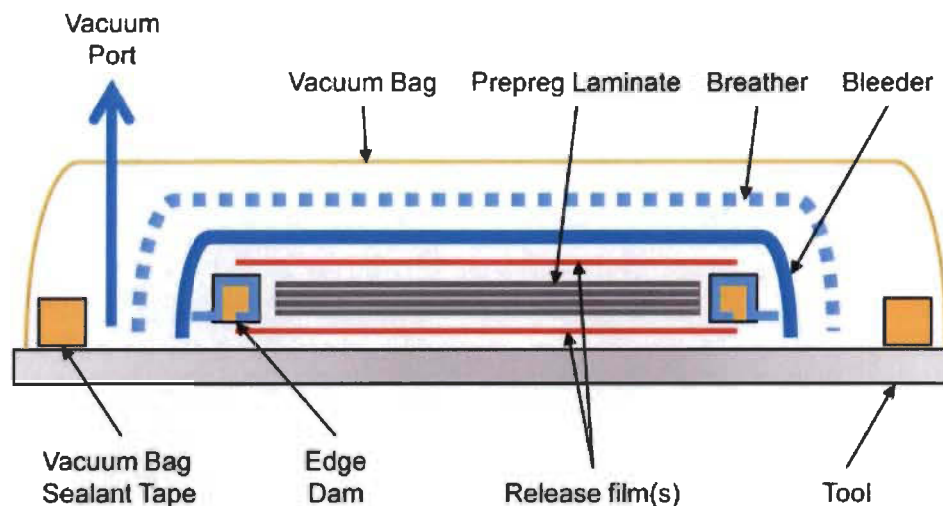


Figure 2.2 : Représentation schématique d'un pré-imprégnation-autoclave [78].

2.1.2 Moulage par transfert de résine, Resin Transfer Moulding (RTM)

Par définition, le procédé RTM consiste en l'injection d'une résine liquide à faible viscosité, sous vide ou à basse pression, dans un renfort sec placé à l'intérieur d'un moule rigide fermé dont les surfaces intérieures définissent la forme de la pièce finale [16]. La

résine liquide est injectée en remplissant les espaces ouverts du renfort (pores) jusqu'à ce que le moule soit complètement rempli (Figure 2.3).

Une des principales raisons d'utiliser le procédé RTM dans la fabrication de pièces composites est la réduction des coûts. Après injection, le moule est chauffé pour polymériser la matrice et une fois durcie, le moule peut être ouvert et la pièce retirée pour la finition [79]. Cette méthode est utilisée pour la production de masse, incluant les pièces faites de renforts 3D complexes.

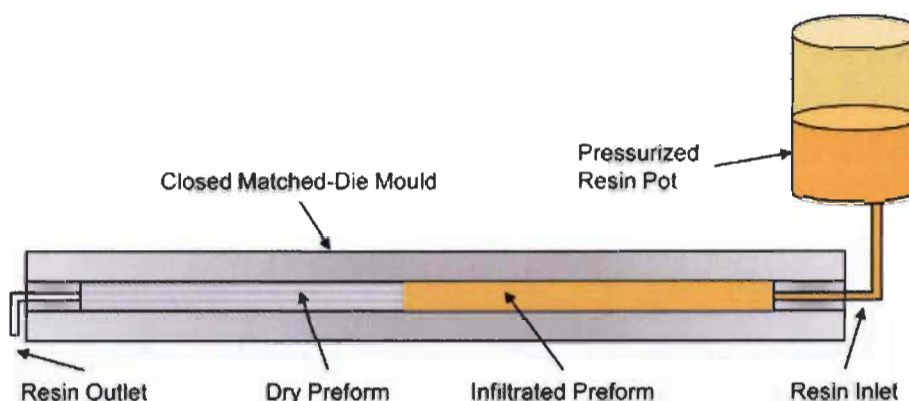


Figure 2.3 : Représentation schématique d'un moulage RTM [78].

2.1.3 Moulage par compression

Le moulage par compression est généralement utilisé pour des pièces en composites caractérisés par de bonnes propriétés mécaniques et chimiques, et une excellente finition de surface avec des coûts minimes. Ce procédé est souvent utilisé pour mouler des composites à haute fraction volumique de fibres pour des pièces complexes dans une grande variété de tailles. Les moules en deux parties sont généralement montés sur une presse hydraulique ou mécanique (Figure 2.4) [80].

Un renfort fibreux, un pré-imprégné en feuilles ou une préforme est placé dans le moule ouvert. Les deux moitiés du moule sont fermées et chauffées, et la pression est appliquée

pour un temps de moulage qui varie selon la taille et l'épaisseur de la pièce (généralement entre 1 à 5 minutes).

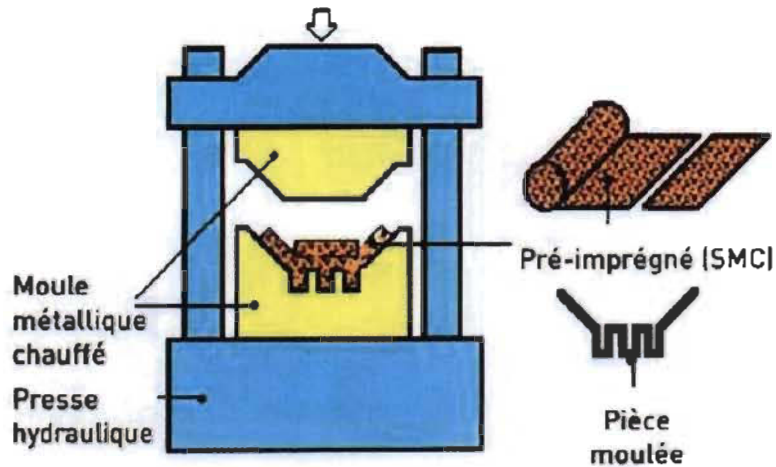


Figure 2.4 : Moulage par compression [81].

2.2 Caractérisation des écoulements dans les milieux fibreux

2.2.1 Perméabilité d'un milieu fibreux

L'utilisation des techniques "Liquid Composites Moulding" (LCM), tels que le moulage par transfert de résine (RTM), l'infusion de résine (RI) et le RTM assisté du vide (Vacuum Assisted RTM) a connu une croissance phénoménale au cours des dernières années [82]. Les procédés LCM impliquent la compaction des renforts dans un moule fermé, avant l'injection de la résine en général de type thermodurcissable, ce qui génère des forces sur le moule qui se combinent à la pression du fluide pendant l'injection [83]. Pour modéliser l'imprégnation du renfort, il est nécessaire de connaître la relation entre V_f , la réponse à la compaction du renfort et sa perméabilité aux résines liquides. L'interaction entre ces variables dicte le succès de l'opération de moulage [84-88]. La perméabilité d'un renfort fibreux est l'un des principaux paramètres régissant le remplissage du moule [89]. En termes simples, la perméabilité décrit la facilité avec laquelle un fluide imprègne un milieu

poreux. Sur le plan quantitatif, la perméabilité K est un coefficient ou "constante de proportionnalité" définie à l'origine par la loi de Darcy, reliant le débit du fluide dans le milieu poreux au gradient de pression dans la cavité (Équation 2.1).

Des nombreuses techniques expérimentales ont été développées pour déterminer la perméabilité d'un renfort, en utilisant un écoulement unidirectionnel ou radial (Figure 2.5) [89-92].

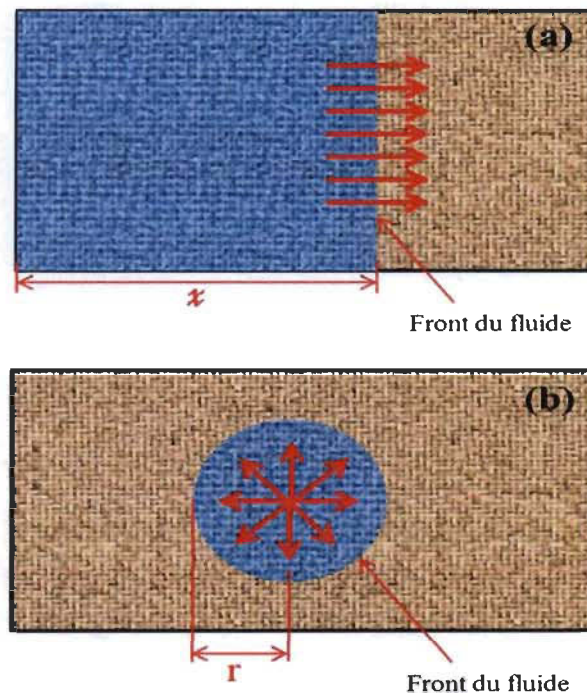


Figure 2.5 : Plan de vues de mesure de perméabilité pour un l'écoulement (a) 1-D et (b) 2-D.

2.2.1.1 Écoulement rectiligne unidirectionnel (1D)

La perméabilité K dans le cas d'un écoulement 1-D peut être calculée en réorganisant la loi de Darcy pour obtenir;

$$K = \frac{Q \mu x_f}{A.(P_0 - P_1)} \quad (2.1)$$

où Q est le débit d'écoulement; μ est la viscosité du fluide; x_f est la position du front d'écoulement par rapport au point d'injection; A est l'aire de la section transversale de la cavité et $(P_0 - P_1)$ est la différence de pression entre le point d'injection (de pression P_0) et le front d'écoulement (de pression P_1).

Une mesure unique dans le cas d'un écoulement 1-D donne la valeur de la perméabilité dans l'orientation spécifique des fibres seulement. Par conséquent, d'autres expériences sont nécessaires pour obtenir le vecteur de perméabilité en fonction de l'orientation des fibres.

2.2.1.2 Écoulement radial (2D)

Le front d'écoulement dans le cas d'une injection centrale est circulaire pour un renfort isotrope dans le plan et elliptique pour un renfort orthotrope, tout dépendant de la nature de ce dernier. Le calcul de la perméabilité pour un écoulement 2-D (Figure 2.6) est plus compliqué que pour un écoulement simple 1-D. L'aire de la section transversale dans le cas d'un écoulement radial est exprimée par :

$$A = 2.\pi.r.h \quad (2.2)$$

Où r est le rayon du front d'écoulement et h l'épaisseur de la cavité.

Pour un milieu isotrope, la loi de Darcy peut être intégrée et réarrangée pour exprimer la perméabilité K , dans le cas d'un écoulement radial 2-D, sous la forme suivante [93] :

$$K = \frac{\mu.Q}{\Delta P.2.\pi.h} \ln\left(\frac{r}{r_0}\right) \quad (2.3)$$

Où r_0 correspond au rayon du trou d'injection perforé au centre de la préforme fibreuse, au point d'injection.

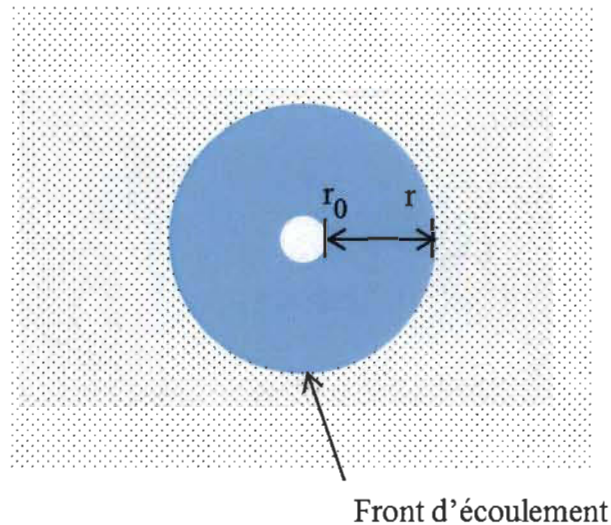


Figure 2.6 : Représentation schématique du front d'écoulement radial (r) et du point d'injection central (r_0).

2.2.1.3 Paramètres qui influencent la perméabilité d'un renfort à fibres unidirectionnelles

Afin d'utiliser les fibres naturelles dans des applications composites, les fibres provenant de la plante doivent être traitées et transformées sous forme de mèches [94]. Le niveau de torsion des mèches influe inversement sur la perméabilité et leur imprégnation devient plus difficile [95]. La perméabilité globale d'un renfort à fibres unidirectionnelles est déterminée par la quantité de fluide passant à l'intérieur et entre les mèches UD de la préforme [96]. L'état de saturation d'une mèche a donc une influence majeure sur la perméabilité globale du renfort. Lorsque les mèches sont insaturées, elles génèrent une importante résistance à l'écoulement en diminuant conséquemment la perméabilité. Si les mèches sont complètement saturées, il est possible que le fluide à l'intérieur des mèches stagne de sorte que le fluide à l'extérieur circule avec moins de résistance [97]. La perméabilité des mèches peut être du même ordre de grandeur que la perméabilité apparente du renfort, de sorte que les régions entre les mèches et à l'intérieur des mèches se remplissent simultanément. Si la perméabilité des mèches est plus faible que la perméabilité apparente, elles présentent au final taux de vide plus élevé [98]. Les fibres

d'une mèche agissent donc comme des puits en drainant le fluide du front d'écoulement principal situé dans l'espace entre les mèches. L'effet de ces puits est fonction de la pression de résine dans le renfort et du degré de saturation des mèches. Si les mèches se remplissent au même débit que les régions entre les mèches, l'effet de puit est nul [97-99].

La conformation du renfort avec la pression engendrée par la force de fermeture du moule peut impliquer des distorsions et des déformations qui provoquent des changements locaux de la perméabilité [88, 100-102]. Ces effets peuvent avoir une influence sur le remplissage du moule, le temps de remplissage ainsi que la formation de vides et de zones sèches [103, 104].

La pression d'injection est également influencée par l'épaisseur de la cavité. Une diminution locale de l'épaisseur conduit à une fraction volumique de fibres localement plus élevée, une augmentation locale de la perte de pression, et donc une diminution de la perméabilité du renfort [102, 105, 106].

2.2.2 Écoulements capillaires dans les renforts fibreux

2.2.2.1 Pression capillaire

La pression capillaire peut être définie comme la différence de pression hydrostatique à travers une interface liquide / solide en raison de la tension superficielle. Le mouvement spontané du front d'écoulement réduit le gradient de pression, ce qui diminue la quantité d'énergie de surface et donne lieu à une pression capillaire négative [107].

Dans le cas d'une pression capillaire positive, le milieu poreux résiste à l'imprégnation sous l'effet de l'augmentation de l'énergie, ce qui demande l'application d'une pression extérieure pour favoriser l'imprégnation. Les forces capillaires sont donc responsables de la pénétration spontanée d'un liquide dans un milieu poreux [108].

La pression capillaire (P_c) est estimée théoriquement par l'équation de Young-Laplace [109]:

$$P_c = \frac{F_w}{A_c} = \frac{\phi \sigma_{sf} \cos \theta}{\pi r^2} = \frac{4 \sigma_{sf} \cos \theta}{D_e} \quad (2.4)$$

où F_w est la force de mouillage générée à l'interface liquide-solide (N); ϕ est le périmètre du tube capillaire cylindrique; A_c est la section transversale du capillaire (m^2); σ_{sf} est la tension de surface du fluide de mouillage (Pa m); θ est l'angle de contact entre le liquide et la surface du solide et D_e est un diamètre équivalent de pores pour un renfort fibreux (m).

Dans un renfort fibreux, généralement anisotrope, la taille et la forme des pores sont variables, ce qui rend la détermination de D_e très difficile. Un facteur adimensionnel (F), qui dépend seulement de la direction du front d'écoulement, a été proposé pour prendre en compte les variations anisotropie/géométrie du réseau fibreux. L'équation (2.4) est réécrite sous la forme donnée par l'équation ci-dessous [109]:

$$P_c = \frac{F}{D_f} \frac{(1-\varepsilon)}{\varepsilon} \sigma_f \cos \theta \quad (2.5)$$

Dans cette équation, D_f est le diamètre d'un filament individuel de fibre (m) et ε la porosité globale. Dans le cas d'un renfort unidirectionnel, le facteur F est obtenu en se basant sur le principe du rayon hydraulique, qui est défini comme étant le rapport de la surface mouillée A (section droite du liquide) sur le périmètre mouillé P (périmètre de la conduite en contact avec le liquide), d'une couche de fibres. F est considéré égal à 4 pour un écoulement axial et à 2 pour un écoulement transversal.

L'angle de contact θ entre le liquide et la surface du solide (dans ce cas-ci la surface des fibres) a un effet important sur la quantité et la position des microvides et macrovides qui peuvent être piégés pendant l'imprégnation. Dans des conditions de mouillage favorables, $\theta < \pi/2$, les vides emprisonnés auront tendance à se regrouper dans loin des fibres car celles-ci se mouillent facilement, tel que montré à la Figure 2.7 (a), de sorte que les zones possédant ce type de vides auront moins d'effet sur la transmission des force à l'interface fibre-matrice lorsque la pièce est soumise à des forces externes. Dans des

conditions de mouillage défavorables, $\theta > \pi/2$, les vides seront concentrés au voisinage de la surface des fibres, Figure 2.7 (b), et ce type de porosité aura un effet significatif sur la chute des propriétés mécaniques de la structure finale [109].

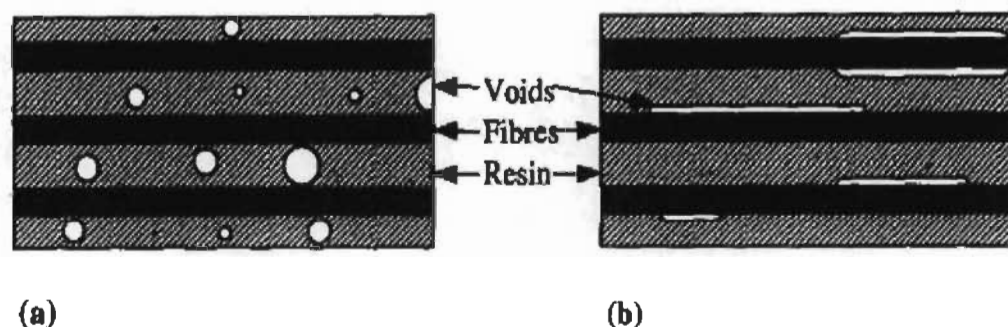


Figure 2.7 : Représentation schématique de la topologie de vides dans un stratifié en fonction de l'angle de contact [109].

2.2.2.2 Mécanismes de formation de vide

Un pourcentage volumique de fibres élevé et une distribution uniforme des fibres dans la matrice du composite sont essentiels pour obtenir de bonnes performances mécaniques de la structure. L'un des principaux problèmes liés à la fabrication des composites est la formation de porosité lors de l'imprégnation et le durcissement. Les structures composites de haute performance nécessitent des faibles porosités (inférieures à 1%) et des fractions volumiques de fibres élevées (plus de 50%) [110].

La complexité du renfort utilisé (renforts faits de gros fils, renforts tissés, structures 3D tissées) peut influencer la formation de vides. Ces derniers se forment à des moments distincts au cours de la fabrication [111, 112]:

- Pendant le mélange de la résine avec le catalyseur.
- Pendant le remplissage de la cavité du moule.
- Au cours des réactions chimiques complexes qui ont lieu durant la polymérisation des résines thermodurcissables.

Il est connu que les renforts à structure complexe induisent des écoulements à double échelle: écoulement microscopique à l'intérieur des fils et écoulement macroscopique à l'échelle de la pièce [113, 114]. Une conséquence de cet effet est le piégeage de vides dans le renfort [115], en particulier les micropores qui sont formés à cause des effets capillaires microscopiques et une faible perméabilité des renforts fibreux [87]. La Figure 2.8 montre la formation de pores entre les fils et à l'intérieur des fils pour les situations respectives d'un écoulement dominé par l'effet capillaire des fils (Figure 2.8a) versus celui dominé par l'écoulement entre les fils (Figure 2.8b). Les pores se forment entre les fils dans le premier cas et à l'intérieur des fils dans le second.

L'utilisation d'un débit ou une pression d'injection élevée provoque la formation des pores à l'intérieur des fils (micropores) puisque le fluide remplit d'abord les cavités entre les fils. Le vide formé entre les fils (macropores) se produit lorsque l'effet capillaire est dominant et pour lequel la résine est aspirée dans les fils avant de passer entre ceux-ci, laissant des vides dans l'espace interfils [116].

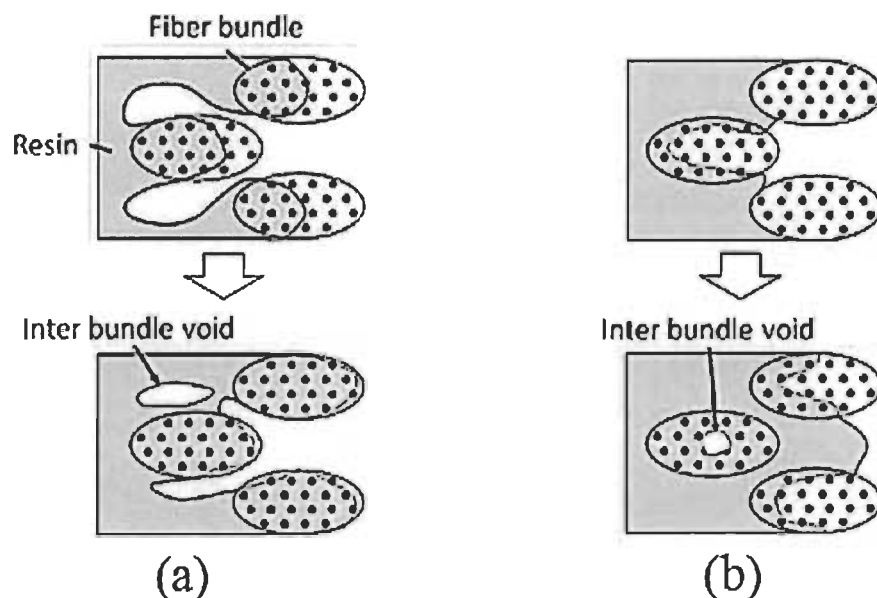


Figure 2.8 : Formation de vides dans un milieu poreux à double échelle; (a) à faible vitesse d'écoulement et (b) à une vitesse d'écoulement élevé [117].

Plusieurs études ont été effectuées sur la formation des vides et différentes solutions ont été proposées pour les minimiser. Hayward et Harris [118] ont démontré l'effet positif du moulage sous vide sur le taux de vide formé dans le matériau. Ce résultat a été confirmé par Lundstrom et Gebart [119], qui montrent une amélioration des propriétés mécaniques et une réduction du taux de vide lorsqu'on injecte la résine sous vide. D'autre part, Lundstrom et Gebart montrent que le dégazage de la résine avant injection accélère considérablement la dissolution des vides. Le dégazage peut être effectué par l'application d'une pression de vide [119, 120] mais une autre alternative, étudiée par de nombreux chercheurs, consiste à contrôler la vitesse d'écoulement. Le débit d'injection a un double effet : à faible débit, l'écoulement capillaire gouverne l'imprégnation et des vides macroscopiques sont créés entre les mèches; alors qu'à haut débit, l'écoulement visqueux domine l'imprégnation et des vides microscopiques tendent à apparaître à l'intérieur des mèches [121] tel que mentionné ci-dessus en lien avec la Figure 2.8. Plusieurs approches ont été établies pour déterminer une vitesse d'écoulement minimisant la porosité. Entre autres, l'approche de Labat et al. [122], reprise par Leclerc et Ruiz [123], permet de contrôler la vitesse moyenne du front de résine dans le moule afin de déterminer les paramètres optimaux d'injection. Ces approches considèrent que le nombre capillaire (Ca_{ff}) et le nombre capillaire modifié (Ca_{ff}^*) sont les paramètres clés régissant la formation de vides au front d'écoulement [124]. Le nombre capillaire adimensionnel $Ca_{ff} = \frac{\mu v_s}{\gamma_{lv}}$ donne un rapport entre les forces visqueuses et les forces capillaires pendant l'écoulement. Le nombre capillaire modifié prend en compte l'angle de contact θ entre les trois phases liquide-solide-air en divisant le nombre capillaire par le cosinus de l'angle de contact $Ca_{ff}^* = \frac{\mu v_s}{\gamma_{lv} \cos \theta}$, où μ (Pa.s) est la viscosité, γ_{lv} (N/m) est la tension superficielle liquide-vapeur et v_s (m/s) est la vitesse du liquide dans le renfort fibreux [125].

2.2.3 Modèles d'imbibition

2.2.3.1 Loi de Jurin

La montée d'un liquide par capillarité dans un tube de rayon intérieur (r) est caractérisée par une hauteur d'équilibre Z_{eq} , où les forces capillaires et gravitationnelles sont en équilibre [125] [126]. Selon la Figure 2.9, la pression au point B, lorsqu'il y a équilibre des forces capillaire et gravitationnelle, est donnée par la loi de Pascal :

$$P_B = P_{atm} - \Delta\rho g Z_{eq} \quad (2.6)$$

où P_{atm} est la pression atmosphérique; Z_{eq} la hauteur capillaire; g l'accélération gravitationnelle et ρ la densité du liquide.

En état d'équilibre, la pression du liquide au point B obéit à:

$$P_B = P_{atm} - P_{cap} \quad (2.7)$$

où P_{cap} est la pression capillaire.

La pression capillaire P_{cap} , la force responsable de l'écoulement capillaire, à la surface d'un liquide dans un tube de rayon r peut être évaluée par la loi de Young-Laplace comme suit:

$$P_{cap} = - \frac{2}{r_c} \gamma_{lv} \cos \theta \quad (2.8)$$

où r_c est le rayon du tube capillaire; θ l'angle de contact entre les phases liquide et solide γ_{lv} la tension superficielle liquide-vapeur.

Les équations 2.6, 2.7 et 2.8 permettent d'exprimer la hauteur capillaire d'équilibre Z_{Jurin} avec l'équation suivante :

$$Z_{Jurin} = \frac{4}{d_h} \frac{\gamma_{lv} \cos \theta}{\rho g} \quad (2.9)$$

où d_h est le diamètre hydraulique équivalent.

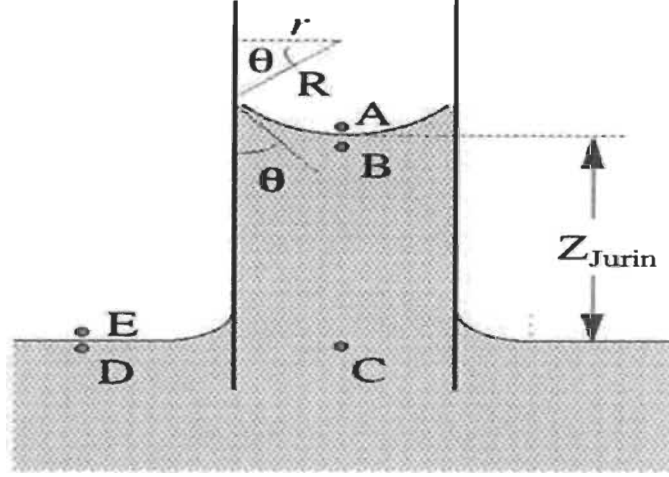


Figure 2.9 : Hauteur d'équilibre dans un tube capillaire Z_{Jurin} [125].

Celui-ci est exprimé en fonction de l'aire de la surface d'écoulement A , du périmètre mouillé de la conduite P_m et son diamètre d_m par l'équation:

$$d_h = \frac{4A}{P_m} = \frac{4(\pi d^2/4)}{\pi d_m} = d_m \quad (2.10)$$

En dessous d'une longueur capillaire caractéristique l_{cap} , la déformation du ménisque normalement de forme sphérique (déformation provoquée par la gravité) est négligeable.

$$l_{cap} = 2 \sqrt{\frac{\gamma_{lv}}{\rho g}} \quad (2.11)$$

L'effet de la gravité peut être négligé pour des diamètres hydrauliques équivalents $d_h < l_{cap}$.

2.2.3.2 Loi de Jurin modifiée

Un renfort fibreux tissé est un milieu poreux composé de mèches de fibres orientées qui peuvent être modélisées comme un ensemble de tubes capillaires cylindriques [125]. Les diamètres hydrauliques équivalents des tubes sont définis par le rapport entre l'aire de section transversale des canaux d'écoulement et le périmètre mouillé. Dans la théorie des

milieux poreux, le diamètre hydraulique équivalent est exprimé en fonction de V_f par l'équation suivante :

$$d_h = \frac{d_f(1-v_f)}{v_f} \quad (2.12)$$

À partir de l'équation 2.12, la loi de Jurin s'exprime sous la forme suivante :

$$Z_{Jurin} = \frac{P_{cap}}{\rho g} = \left\{ \frac{f_{geo}}{d_h} \right\} \left\{ \frac{\gamma_{lv} \cos \theta}{\rho g} \right\} \quad (2.13)$$

où f_{geo} est une constante qui dépend de la distribution des tailles des pores et la direction d'écoulement par rapport au milieu capillaire.

2.2.3.3 Modèles d'imbibition de Lucas-Washburn

Les fluides utilisés dans un test de montée capillaire dans un milieu poreux sont considérés comme newtoniens incompressibles. La Figure 2.10 présente une évolution typique de la hauteur capillaire dans le temps d'un tel liquide à travers un milieu poreux.

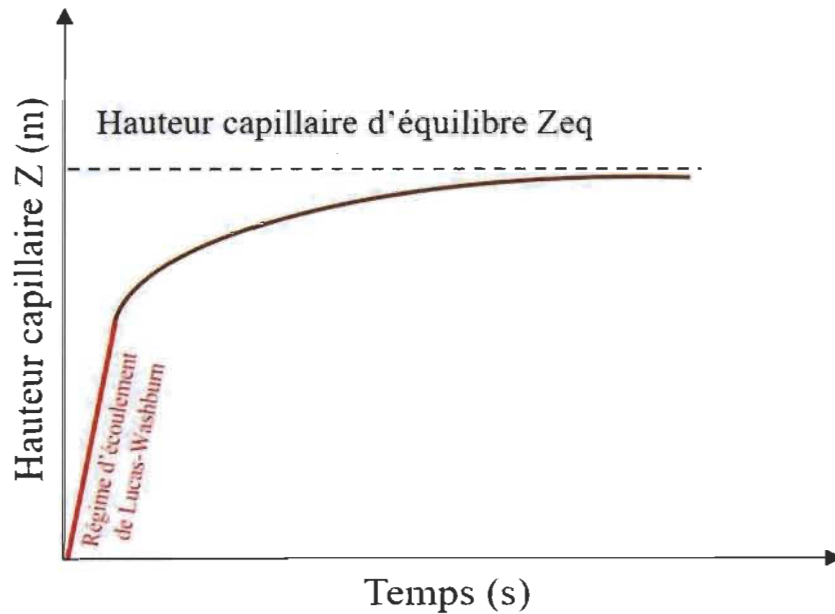


Figure 2.10 : Évolution du front d'écoulement par montée capillaire dans milieu poreux.

La progression du front de capillaire est caractérisée, au début, par un régime d'écoulement linéaire de Lucas-Washburn, pour lequel la contribution de la gravité peut être négligée. Ce régime est suivi par un équilibre capillaire pour lequel les forces capillaires et les forces gravitationnelles sont statiquement balancées [125].

Le bilan des forces d'inertie, capillaire, visqueuse et de gravité agissant dans l'écoulement d'un fluide dans un milieu poreux est donné par l'équation de Hagen-Poiseuille [125, 126]:

$$\underbrace{\frac{\pi d_h^2}{4} \rho \tau^2 z \frac{d^2 z}{dt^2}}_{\text{inertie}} = \underbrace{\frac{\pi d_h^2}{4} P_{cap}}_{\text{capillaire}} - \underbrace{8\pi\mu\tau^2 \frac{dz}{dt}}_{\text{trainée visqueuse}} - \underbrace{\frac{\pi d_h^2}{4} \rho g z}_{\text{gravité}} \quad (2.14)$$

où μ est la viscosité dynamique du fluide, P_{cap} la pression capillaire, d_h le diamètre hydraulique équivalent, ρ la densité du liquide et τ la tortuosité de la mèche.

En négligeant l'inertie et en utilisant la loi modifiée de Jurin (équation 2.13), l'équation 2.14 peut être écrite sous la forme suivante :

$$\frac{\pi d_h^2}{4} \underbrace{\rho g z_{Jurin}}_{P_{cap}} - 8\pi\mu\tau^2 z \frac{dz}{dt} - \frac{\pi d_h^2}{4} \rho g z = 0 \quad (2.15)$$

2.2.3.4 Premier modèle d'imbibition

La progression de la position du front d'écoulement dans un tube capillaire peut être écrite sous la forme d'une équation différentielle ordinaire (ODE) en réarrangeant et simplifiant l'équation 2.14.

$$\frac{dz}{dt} = \beta_h \left(\frac{z_{Jurin}}{z} - 1 \right) \quad (2.16)$$

Avec :

$$\beta_h = \frac{d_h^2 \rho g}{32\mu\tau^2} \quad (2.17)$$

2.2.3.5 Deuxième modèle d'imbibition

En négligeant la contribution de la gravité pour une courte distance d'imbibition ($Z(t) \ll Z_{Jurin}$), la vitesse du front capillaire durant le régime d'écoulement de Lucas-Washburn peut être exprimé par l'équation suivante :

$$\frac{dz}{dt} = \beta_h \left(\frac{Z_{Jurin}}{Z} \right) \quad (2.18)$$

Le deuxième modèle d'imbibition est obtenu par intégration de de l'équation 2.24, et le résultat décrit l'évolution de la hauteur capillaire;

$$z^2 = \underbrace{2 \beta_h Z_{Jurin}}_{B_h} t \quad (2.19)$$

où B_h représente la pente de Lucas-Washburn (LW) du carré de l'évolution de la hauteur capillaire pendant le régime linéaire d'écoulement

2.2.3.6 Troisième modèle d'imbibition

La masse absorbée par imprégnation capillaire $m(t)$ peut être considérée sur de courtes distances d'imbibition pour une section géométrique constante dans l'hypothèse d'un écoulement permanent. Elle peut être exprimée par l'équation suivante :

$$m(t) = \rho [A_{cs} (1 - V_f) s \tau] z(t) \quad (2.20)$$

où A_{cs} est l'aire de la section transversale de la mèche perpendiculaire à la direction d'écoulement, s le niveau global de saturation de la mèche et τ la tortuosité de la mèche.

La hauteur capillaire peut être déduite de l'équation 2.20 et réécrite sous la forme suivante:

$$z(t) = \frac{m(t)}{\rho [A_{cs} (1 - V_f) s \tau]} \quad (2.21)$$

La dérivation de cette équation donne le troisième modèle d'imbibition décrivant l'évolution de la masse capillaire dans le temps :

$$\frac{dm}{dt} = \rho [A_{cs} (1 - V_f) s \tau] \beta_h \left(\frac{Z_{Jurin} [\rho A_{cs} (1 - V_f) s \tau]}{m} - 1 \right) \quad (2.22)$$

Avec

$$m_{Jurin} = Z_{Jurin} [\rho A_{cs} (1 - V_f) s \tau] \quad (2.23)$$

2.2.3.6 Quatrième modèle d'imbibition

En négligeant l'effet de la gravité, un modèle d'imbibition plus simple est obtenu en substituant l'équation (2.22) dans l'équation (2.18) :

$$\frac{dm}{dt} = \beta_m \left(\frac{Z_{Jurin}}{m} \right) \quad (2.24)$$

Avec :

$$\beta_m = \rho^2 [\rho A_{cs} (1 - V_f) s \tau]^2 \beta_h = (\rho c_v)^2 \beta_h \quad (2.25)$$

où C_v représente la capacité volumétrique de rétention du fluide de la mèche fibreuse.

L'intégration de l'équation (2.24) donne le quatrième modèle d'imbibition :

$$m^2 = (\rho c_v)^2 \beta_h t \quad (2.26)$$

Avec :

$$B_m = (\rho c_v)^2 \beta_h \quad (2.27)$$

Ce terme représente la pente LW du carré de l'évolution de la masse capillaire pendant le régime linéaire d'écoulement de Lucas-Washburn.

Pour un renfort dans un moule rigide et de section transverse donnée, le volume réel du fluide $V_{réel}$ et le volume apparent V_{app} peuvent être utilisés pour évaluer le taux de saturation en fonction du temps $S(t)$:

$$s(t) = \frac{V_{réel}(t)}{V_{app}(t)} \quad (2.28)$$

où :

$$V_{réel}(t) = \frac{m(t)}{\rho} \quad (2.29)$$

et

$$V_{app}(t) = w_r h_r (1 - V_f) z(t) \quad (2.30)$$

Où V_f est la fraction volumique des fibres, w_r et h_r sont respectivement la largeur et l'épaisseur du renfort.

La vitesse optimale d'imprégnation du renfort est fonction de la distance caractéristique du renfort (L_c) et de la pente de Lucas-Washburn (B_h) obtenue à partir du carré de la hauteur capillaire.

$$v_{opt} = \frac{B_h}{L_c} \quad (2.31)$$

2.3 Propriétés mécaniques en traction des composites à fibres végétales

2.3.1 Propriétés mécaniques d'un composites

La résistance et la rigidité d'un composite dépendent généralement de celles de ses éléments constitutifs. Les propriétés mécaniques d'un composite sont aussi affectées par leurs fractions volumiques (V_f et V_m) et le taux de vide V_p . La forme des fibres et leur arrangement dans la matrice ainsi que les propriétés de l'interface fibre/matrice ont aussi un effet significatif sur les propriétés résultantes

L'effet de tous les paramètres est incorporé dans des lois de mélange généralisé (ROM) pour le module (E_c) et la contrainte (σ_c) des composites à fibres discontinues :

$$E_c = E_f V_f \eta_{1E} \eta_0 + V_m E_m \quad (2.32)$$

$$\sigma_c = \sigma_f V_f \eta_{1S} \eta_0 + V_m \sigma'_m \quad (2.33)$$

Dans ces équations, E_f et σ_f sont le module et la contrainte de la fibre, V_m la fraction volumique de la matrice; η_{1E} et η_{1S} sont les facteurs d'efficacité de longueur des fibres pour la rigidité et la résistance du renfort respectivement, η_0 est le facteur de distribution d'orientation des fibres et E_m et σ'_m sont respectivement le module et la contrainte en tension de la matrice à la déformation de rupture de celle-ci.

Le facteur de distribution d'orientation des fibres η_0 est exprimé par l'équation de Krenchel;

$$\eta_0 = \sum_n a_n \cos^4 \theta_n, \sum_n a_n = 1, \eta_0 \in [0,1] \quad (2.34)$$

où a_n représente la fraction de fibre orienté d'un angle θ_n par rapport à l'axe de chargement.

2.3.2 Modèles micromécaniques pour les composites à fibres courtes

Les propriétés élastiques des composites à fibres courtes peuvent être déterminées expérimentalement ou estimées à partir d'une variété de modèles micromécaniques. Les modèles micromécaniques permettent de prévoir la meilleure combinaison des paramètres constitutifs des matériaux afin de satisfaire à certaines exigences dans la conception d'une pièce en composite. Plusieurs théories ont été proposées pour modéliser les propriétés en traction d'un composite à fibres courtes en fonction des propriétés de ses constituants [127].

2.3.2.1 Modèle de Cox-Krenchel et de Kelly-Tyson

Le modèle de Cox-Krenchel donne une estimation du module de Yong (E) d'un composite en fonction des modules caractéristiques de la fibre et de la matrice, E_f et E_m , et de la fraction volumique de fibres:

$$E = \eta_0 \eta_{1E} E_f v_f + (1 - v_f) E_m \quad (2.35)$$

où η_0 est le facteur d'orientation des fibres et η_{1E} est le facteur d'efficacité de la longueur de fibre. η_0 est égal à $3/8$ pour une orientation aléatoire des fibres dans le plan (2D) et à $1/5$ pour une orientation aléatoire des fibres dans le cas 3D.

η_{1E} est déterminé par l'équation (2.36);

$$\eta_{1E} = 1 - \frac{\tanh(\beta l/2)}{\beta l/2} \quad (2.36)$$

avec,

$$\beta = \frac{1}{r_f} \sqrt{\frac{2 G_m}{E_f \ln(R/r_f)}} \quad (2.37)$$

où r_f est le rayon de la fibre, G_m le module de cisaillement de la matrice et R est lié à la distance entre les fibres dans le composite.

Le rapport (R/r_f) peut être exprimé par $R/r_f = \sqrt{K_R/v_f}$, où le facteur K_R dépend de l'arrangement géométrique des fibres. K_R est égal à $\pi/4$ pour un arrangement carré et à 1 pour un arrangement cylindrique des fibres [128].

Pour la contrainte en traction des composites à fibres discontinues, Kelly et Tyson ont proposé une forme modifiée de l'équation générale de la loi de mélange afin de prédire la contrainte d'une manière similaire à l'équation de Cox pour le module des composites à fibres discontinues [129-131]. Le modèle s'écrit;

$$\sigma_{uc} = \eta_s \sigma_f V_f + (1 - V_f) \sigma_m \quad (2.38)$$

Où σ_f est la contrainte des fibres, σ_m la contrainte ultime de la matrice et η_s le facteur d'efficacité de la fibre qui peut être exprimé sous la forme $\eta_s = \eta_L \eta_0$.

2.3.2.2 Modèle d'Halpin-Tsai et Tsai-Pagano

La plupart des équations de la micromécanique sont compliquées et difficiles à utiliser. Des formes plus simples sont requises pour la conception des matériaux composites. Halpin et Tsai ont développé un modèle semi-empirique d'interpolation qui est une représentation approximative de la micromécanique. Il est bien adapté aux composites renforcés de fibres courtes alignées et le module est déterminé par les équations 2.39 et 2.40 [132];

$$E_c = E_m \frac{(1 + \xi \eta V_f)}{(1 - \eta V_f)} \quad (2.39)$$

Avec :

$$\eta = \frac{(E_f/E_m - 1)}{(E_f/E_m + \xi)} \quad (2.40)$$

où E_m est le module élastique de la matrice et ξ un facteur dépendant de la forme de la fibre, de la distribution des fibres et de la fraction volumique des fibres. Le paramètre η dépend du module et de la résistance relative de la fibre et de la matrice.

Une variété d'équations empiriques pour ξ est disponible dans la littérature. Pour des fibres de forme rectangulaire ou circulaire, la valeur de ξ peut être déterminée par l'équation suivante:

$$\xi = 2 \left(\frac{L}{T} \right) \text{ ou } \xi = 2 \left(\frac{L}{D} \right) \quad (2.41)$$

où L est la longueur de fibre et T ou D son épaisseur ou son diamètre.

À partir des équations d'Halpin-Tsai, une estimation du module d'un composite renforcé par des fibres courtes à distribution aléatoire dans le plan ou dans le volume du composite est obtenue par l'approche de Tsai-Pagano. Le résultat s'écrit;

$$E_c = \frac{3}{8} E_1 + \frac{5}{8} E_2 \quad (2.42)$$

où E_1 est le module longitudinal et E_2 est le module transversal. Ils sont obtenus des équations suivantes;

$$E_1 = E_m \frac{(1 + \xi_1 \eta_1 V_f)}{(1 - \eta_1 V_f)} ; \quad \xi_1 = 2 \left(\frac{L}{D} \right) \quad (2.43)$$

$$E_2 = E_m \frac{(1 + \xi_2 \eta_2 V_f)}{(1 - \eta_2 V_f)} ; \quad \xi_2 = 2 \quad (2.44)$$

où η_1 et η_2 dépendent du module et de la résistance relative de la fibre et de la matrice. Ils sont donnés par les équations suivantes :

$$\eta_1 = \frac{(E_f/E_m - 1)}{(E_f/E_m + \xi_1)} \quad (2.45)$$

$$\eta_2 = \frac{(E_f/E_m - 1)}{(E_f/E_m + \xi_2)} \quad (2.46)$$

CHAPITRE III : Étude de la perméabilité d'un renfort à fibres UD lin /papier

3.1 Introduction

Les résultats obtenus par Lebrun et al. [75] pour les mesures de perméabilité planaire du renfort UD lin/papier présentent la couche de papier comme le constituant le moins perméable et sa présence est d'une influence négative sur la perméabilité du renfort total. L'objectif principal du travail présenté dans ce chapitre est d'optimiser la perméabilité de la couche de papier afin d'améliorer le rendement à l'imprégnation du renfort total. L'idée ici est de modifier la structure du réseau fibreux du papier en remplaçant une proportion des fibres de Kraft par des fibres courtes de lin de différentes longueurs. Afin de déterminer l'efficacité de l'approche, il est indispensable de caractériser les différents papiers fabriqués, avant de les combiner aux couches de lin unidirectionnelles, et d'étudier l'effet de ses paramètres caractéristiques.

La première partie de l'étude porte sur l'étude de l'effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la structure du réseau fibreux du papier ainsi que sur son épaisseur. On étudie aussi le comportement en imprégnation des différents papiers fabriqués en étudiant l'influence de ces paramètres caractéristiques sur sa perméabilité planaire dans la direction transversale (CD) et direction machine (MD).

La deuxième partie du chapitre porte sur l'étude de l'effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la perméabilité globale du renfort. Les perméabilités mesurées seront ensuite utilisées pour établir des modèles prévoyant la perméabilité globale du renfort en fonction de la perméabilité de chaque constituant.

Le chapitre se termine par une comparaison des modèles proposés avec des modèles théoriques afin de prévoir la forme du front d'écoulement dans le renfort. Cette approche permet de contrôler le comportement du renfort à l'imprégnation.

3.2 Matériaux et méthodes

3.2.1 Fabrication de la couche de papier lin-Kraft

Les fibres de lin utilisées dans ce travail ont été fournies par la société Saflin sous forme de mèches (Tex 5000) non traitées. Les mèches ont été découpées avec précision à l'aide d'une tranche à papier pour obtenir des fibres courtes de 5 à 10 mm. Chaque longueur a été mélangée en proportion souhaitée avec de la pâte kraft pour fabriquer des couches de papier de différentes densités surfaciques (DS_{papier}). Dans cette optique, trois masses initiales de mélange de fibres de lin et de Kraft sont utilisées (6, 8 et 10 g). Le mélange sec est mélangé dans l'eau pendant 5 minutes en utilisant un agitateur vertical. Le rapport optimal masse de fibres: volume d'eau est de l'ordre de 1 g: 1 L pour les fibres de lin de 5 mm et 1 g: 2 L pour les fibres de 10 mm. La formation du papier est effectuée en utilisant une formette dynamique, fabriqué par la compagnie ALIMAND, montrée à la Figure 3.1 (a). La suspension de fibres avec la consistance désirée est déposée dans le réservoir situé du côté droit de la machine. Le mélange est ensuite pompé à travers la buse de projection située à l'intérieur du tambour, au milieu de la machine, comme le montre la figure 3.1 (a). Les fibres sont distribuées sur la largeur de la toile de formation à travers la buse de projection qui se déplace dans un mouvement de va-et-vient de haut en bas avec une vitesse constante pendant un nombre déterminé de cycles, donnant finalement une couche mince de papier humide ayant une densité surfacique uniforme. Par la suite, la feuille de papier humide est comprimée avec une presse, montrée à la Figure 3.1 (b), avant d'être séchée à l'aide d'un séchoir de modèle Fornax fabriqué par Adirondack Machine Corporation présenté à la Figure 3.1 (c), afin d'éliminer l'eau résiduelle par évaporation.

La couche de fibres longues unidirectionnelles de lin, de type Tex 200, est fabriquée par un système développé au LMEM et montré à la Figure 3.1 (d). Les fils de lin sont enroulés côte à côte autour d'une plaque en aluminium jusqu'à la largeur désirée. La couche résultante est ensuite humidifiée par pulvérisation d'eau à la surface puis séchée à la

température ambiante, ce qui permet aux fibres d'établir des liens mécaniques entre eux suffisant pour délicatement retirer la couche sans l'endommager.

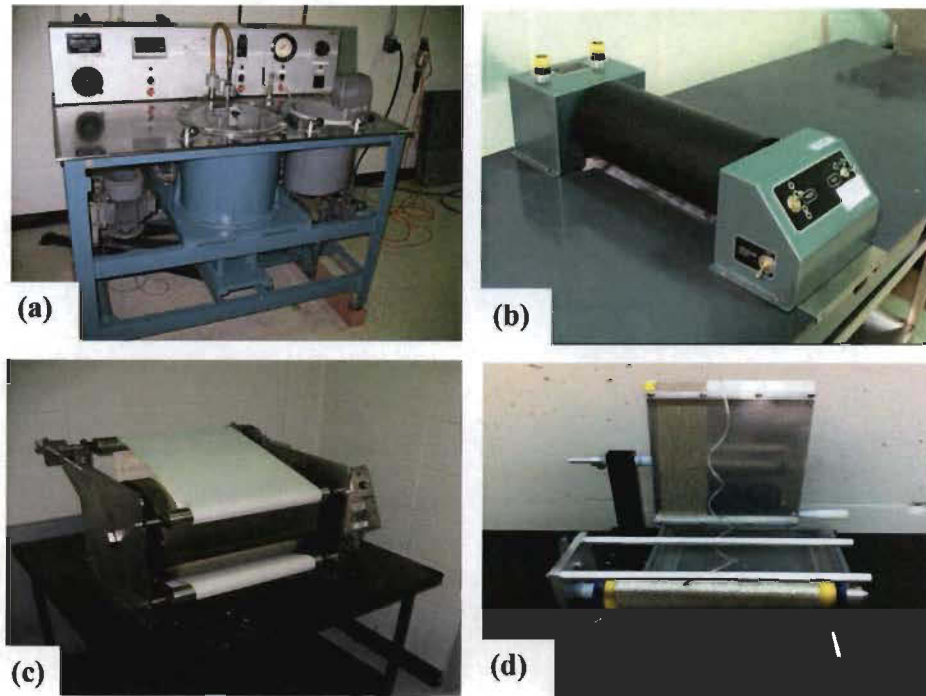


Figure 3.1: Équipement de fabrication de papier.

3.2.2 Préparation du renfort pour les essais de perméabilité

Les différents renforts utilisés dans les essais de perméabilités ont été préparés par empilement d'une couche de papier sur une couche de lin unidirectionnel. Trois couches de papier et de lin unidirectionnel ont ainsi été empilées en alternance pour obtenir l'épaisseur voulue pour les essais, en maintenant les fibres de lin unidirectionnelles toujours orientées à 0° . La taille des échantillons d'essai est de $150 \times 150 \text{ mm}^2$. Les caractéristiques et propriétés des différents échantillons de papier utilisés sont résumées dans le Tableau 3.1. Pour éviter l'effet des pertes de pression à travers l'épaisseur du renfort au moment de l'injection du liquide d'imprégnation, un trou circulaire de 10 mm de diamètre a été perforé au milieu du renfort en guise de point d'injection.

Tableau 3.1 : Caractéristiques des couches de papier fabriquées.

Masse totale (g)	W_{lin} (g)	M_{Kraft} (g)	L_{lin} (mm)	DS_{papier} (g/m²)	Écart type (g/m²)
6	1.5	4.5	5 et 10	28.91	2.16
	3	3			
	4,5	1.5			
8	2	6	5 et 10	38.205	2.52
	4	4			
	6	2			
10	2.5	7.5	5 et 10	46.58	2.43
	5	5			
	7.5	2.5			

3.2.3 Détermination expérimentale de la perméabilité

3.2.3.1 Contexte théorique

Les méthodes de mesure par écoulement unidirectionnel et radial sont les plus populaires dans la détermination expérimentale de la perméabilité d'un renfort. Pour un écoulement radial, l'imprégnation du renfort est réalisée à partir d'une injection centrale à débit ou pression d'injection constants [133, 134]. La loi de Darcy permet d'exprimer la vitesse d'écoulement du fluide en fonction du gradient de pression, de la viscosité du fluide et de la perméabilité du renfort [87, 102, 135-137]. La forme générale tensorielle est :

$$u = -\frac{K}{\mu} \Delta P \quad (3.1)$$

où u est la vitesse moyenne, μ la viscosité du fluide, ΔP le gradient de pression et K est le tenseur de perméabilité du milieu poreux.

Pour un renfort orthotrope, le front d'écoulement du fluide est de forme elliptique et le tenseur de perméabilité est exprimé sous la forme suivante [137]:

$$K = \begin{pmatrix} k_x & 0 \\ 0 & k_y \end{pmatrix} \quad (3.2)$$

Les composantes du tenseur de perméabilité, K_x et K_y , peuvent être obtenues de l'équation:

$$F = \left(\frac{R_{x,e}}{R_{x_0,e}} \right) \left[2 \ln \left(\frac{R_{x,e}}{R_{x_0,e}} \right) - 1 \right] = \frac{4k_e \cdot \Delta P \cdot t}{\phi \mu R_{x_0,e}^2}; \quad (3.3)$$

où $R_{x,e}$ est le rayon équivalent du front d'écoulement, ΔP la perte de pression, t le temps écoulé, ϕ la porosité du renfort, μ la viscosité du fluide d'imprégnation, k_e la perméabilité effective et $R_{x_0,e}$ le rayon équivalent du point d'injection.

À partir de la perméabilité équivalente k_e , la perméabilité dans les directions x et y (K_x et K_y) peuvent être déduites.

3.2.3.2 Mesure de la perméabilité du renfort

Le montage de mesure de la perméabilité, montré à la Figure 3.2, est constitué de deux plaques rigides en acier ($420 \times 260 \text{ mm}^2$) d'une épaisseur de 25 mm chacune et d'une plaque de verre trempée ($370 \times 220 \text{ mm}^2$) d'une épaisseur de 20 mm. La plaque d'acier supérieure possède une ouverture rectangulaire dans le centre ($165 \times 125 \text{ mm}^2$), ce qui permet de suivre le front d'écoulement pendant l'imprégnation, tout en empêchant la déformation de la plaque de verre. L'épaisseur de la cavité du moule est contrôlée par des cales d'épaisseurs en acier. L'étanchéité du moule est assurée par un joint d'étanchéité installé entre la plaque en acier inférieure et la plaque de verre. Le joint est généralement plus épais que l'épaisseur de la cavité désiré afin d'assurer la bonne étanchéité. L'épaisseur de la cavité est ajustée afin d'obtenir une fraction volumique de fibres constante d'environ 35% pour tous les essais. L'épaisseur des cales requises pour chaque type de renfort a été calculée à partir de l'équation suivante [138]:

$$V_f = \frac{NW_f}{d\rho}; \quad (3.4)$$

où V_f est la fraction volumique de fibres, d l'épaisseur de la cavité, N le nombre de couches de renfort, W_f le poids du renfort par unité de surface et ρ la densité des fibres.



Figure 3.2 : Montage de mesure de perméabilité.

Le fluide d'imprégnation utilisé pour les mesures est l'huile moteur (5W30). Sa viscosité, mesurée avec un viscosimètre Brookfield de Brookfield Engineering Inc, est de 458 mPa.s à 20 °C. L'huile est injectée dans le moule par l'intermédiaire des tubes en plastique. Tous les essais ont été effectués sous un vide de 27 po-Hg, en utilisant une pompe à vide (ECVP4300). L'évolution du front d'écoulement du fluide dans le renfort est enregistrée avec un appareil photo numérique, modèle Microsoft LifeCam VX3000, monté sur support placé directement au-dessus du moule, et relié à un ordinateur.

Les rayons R_x et R_y , définissant les ellipses du front d'écoulement en fonction du temps, ont été déterminés en utilisant des techniques de traitement d'images (Figure 3.3). La

perméabilité équivalente (k_e) est ensuite calculée à l'aide de ces valeurs et de l'équation (3.3).

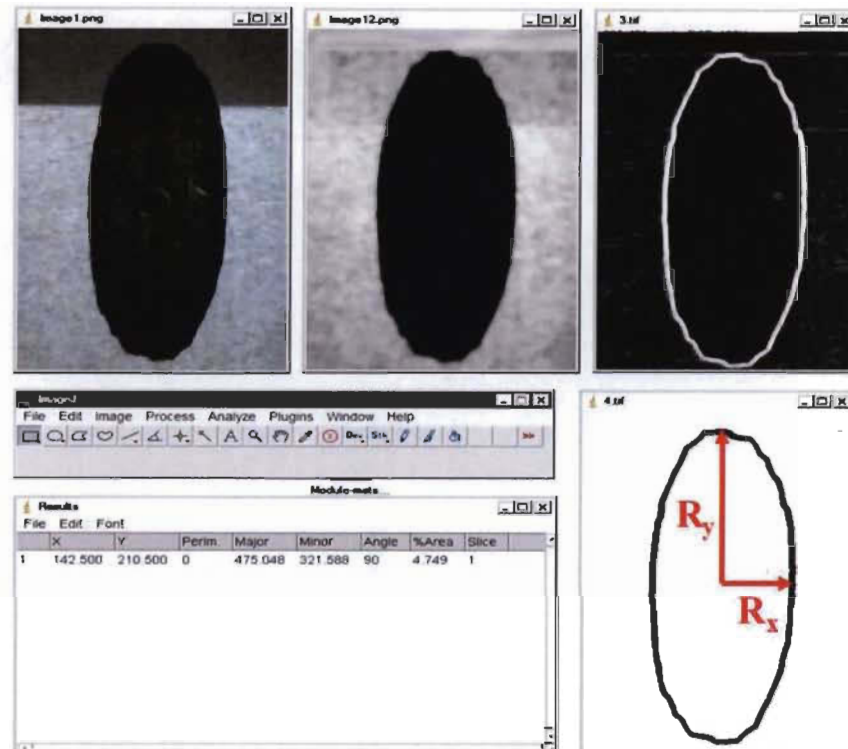


Figure 3.3 : Détermination de R_x et R_y définissant les ellipses du front d'écoulement.

3.3 Résultats et discussions

3.3.1 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la structure du papier

Pour un milieu fibreux constitué d'un seul type de fibres ayant des dimensions, propriétés physiques et formes géométriques similaires, les caractéristiques structurales internes du réseau fibreux suivent une distribution statistique [139]. Dans le cas présent, deux types de fibres différents ont été utilisés pour fabriquer la couche de papier, les fibres courtes de lin et les fibres de pâte kraft. Par conséquent, la compréhension et une description de la structure interne du réseau fibreux deviennent indispensables.

Les Figures 3.4 à 3.9 montrent des images prises à un niveau de grossissement de 10X avec un microscope binoculaire relié à une caméra numérique. Pour les deux longueurs de fibres, il est clair que la proportion de fibres de lin affecte la structure du réseau fibreux du papier, pour tous les papiers observés. En particulier, l'augmentation de la proportion de fibres de lin augmente la porosité inter-fibre et produit en conséquence une structure plus ouverte. Ceci peut être expliqué par la différence des propriétés des fibres de Kraft et de lin telles que, en particulier, la flexibilité et l'épaisseur de la paroi cellulaire. La flexibilité de la fibre détermine sa capacité à se déformer lors de la compression, ce qui affecte la porosité inter-fibre [140, 141]. D'autre part, les fibres de lin sont caractérisées par une paroi cellulaire plus épaisse [142] que celle des fibres kraft [143]. Généralement, des fibres à parois cellulaires plus minces résistent moins à la compression et s'effondrent (ou s'aplatissent) plus facilement [144, 145]. Cela est particulièrement visible dans les Figures 3.4 (a) à 3.9 (a), où 100% de fibres kraft sont utilisées.

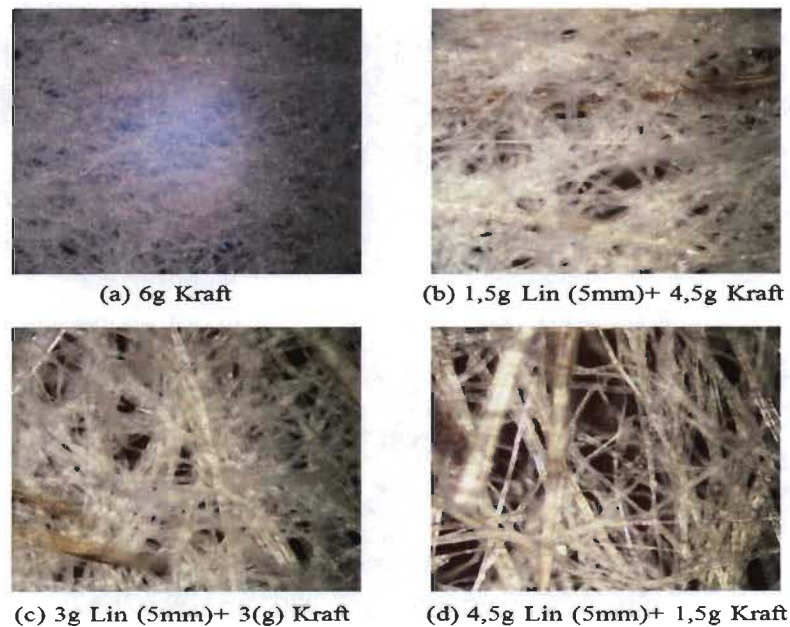


Figure 3.4: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 28.92 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 5 \text{ mm}$.



(a) 6g Kraft



(b) 1,5g Lin (10mm)+ 4,5g Kraft



(c) 3g Lin (10mm)+ 3(g) Kraft



(d) 4,5g Lin (10mm)+ 1,5g Kraft

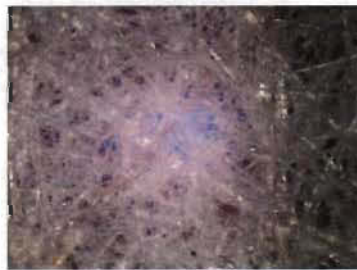
Figure 3.5: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 28.92 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 10 \text{ mm}$.



(a) 8g Kraft



(b) 2g Lin (5mm)+ 6g Kraft



(c) 4g Lin (5mm)+ 4(g) Kraft



(d) 6g Lin (5mm)+ 2g Kraft

Figure 3.6: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 38.21 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 5 \text{ mm}$.

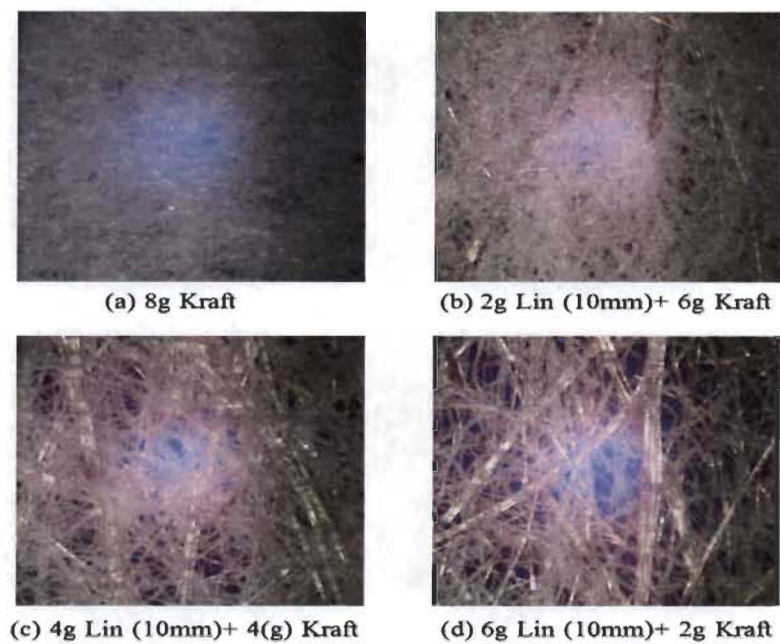


Figure 3.7: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 38.21 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 10 \text{ mm}$.

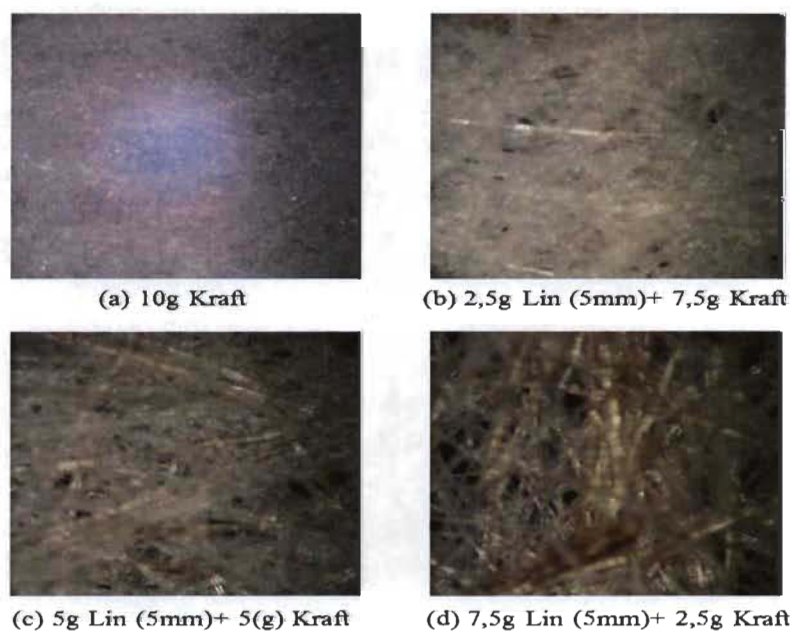


Figure 3.8: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 46.58 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 5 \text{ mm}$.

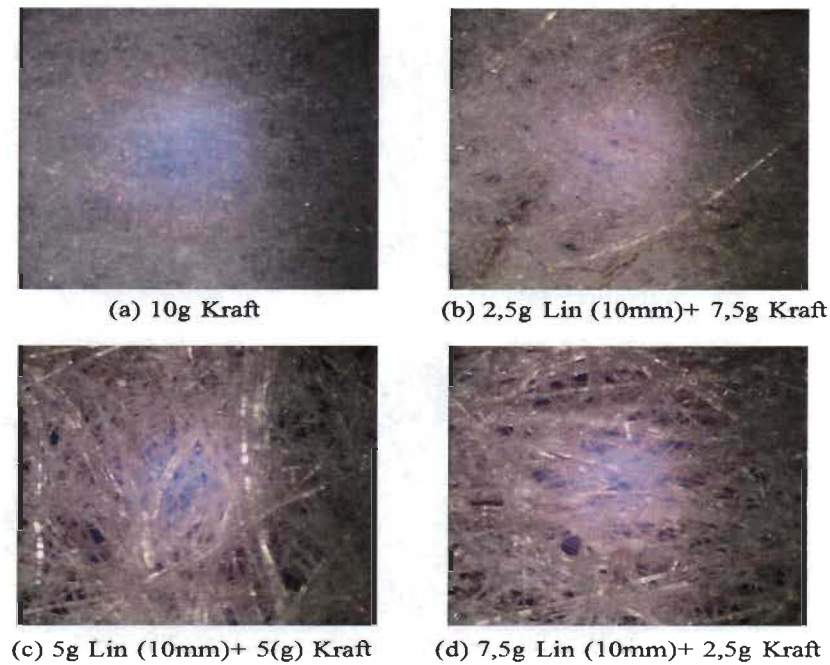


Figure 3.9: Micrographie d'un papier à $DS_{\text{papier}} = 46.58 \text{ g/m}^2$, $L_{\text{Lin}} = 10 \text{ mm}$.

La longueur des fibres est l'une des principales caractéristiques déterminant le comportement initial du réseau fibreux en fixant le nombre de points de contact fibre à fibre et également la distance entre ces points. Par conséquent, on peut s'attendre à une relation entre la structure du réseau de fibres et la longueur des fibres [146]. Ceci est clairement visible lorsqu'on compare les Figures 3.4 et 3.5, où l'effet de l'augmentation de la proportion des fibres courtes de lin s'intensifie avec l'augmentation de la longueur de 5 mm à 10 mm.

En général, l'augmentation de la fraction massique et de la longueur des fibres courtes de lin, inévitablement accompagné d'une diminution de la fraction massique des fibres de kraft pour maintenir le grammage total du mélange, engendre une diminution du nombre moyen de fibres par unité de surface, ce qui augmente sensiblement la taille et le nombre total de pores.

3.3.2 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur l'épaisseur du papier

De manière générale, les propriétés d'une feuille de papier fabriquée avec deux types de fibres seront influencées par les caractéristiques de la fibre ayant le rapport d'aspect (longueur / diamètre) le plus élevé. La Figure 3.10 montre l'effet de la teneur en fibres de lin (W_{Lin}) sur l'épaisseur des feuilles de papiers fabriquées. Les mesures ont été effectuées au laboratoire Innofibre avec un micromètre digital conçu pour mesurer l'épaisseur du papier.

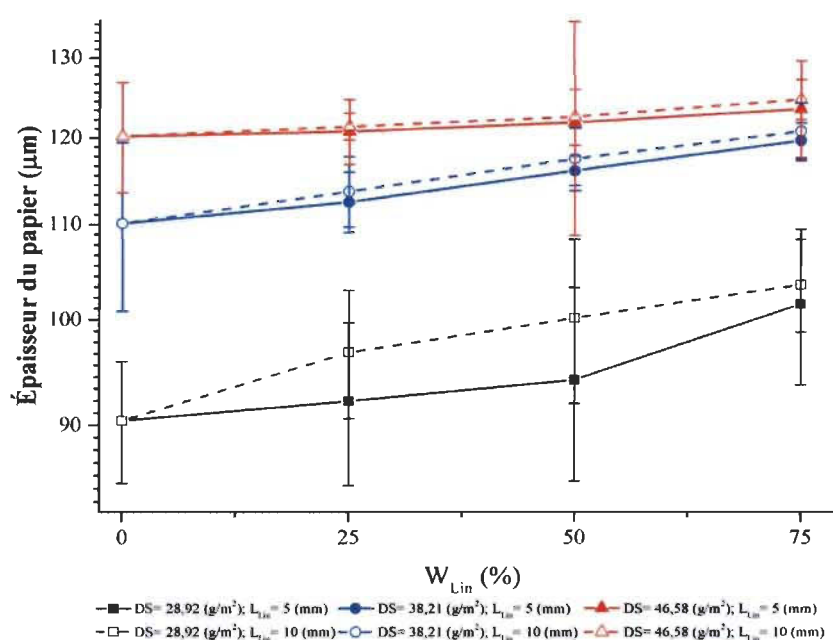


Figure 3.10 : Effet du teneur en fibres courtes de lin sur l'épaisseur du papier.

Les feuilles formées à partir de fibres kraft sont caractérisées par une épaisseur plus faible que celles formées d'un mélange des deux fibres. Ceci est attribué au fait que les fibres de lin sont caractérisées par un rapport d'aspect (l/d) supérieur, signifiant moins de points de contact fibre-fibre de sorte qu'une augmentation de leur proportion provoque une augmentation de l'épaisseur. Les différences d'épaisseur des parois cellulaires et de flexibilité des fibres influencent les propriétés en compression et la conformabilité des

feuilles de papier, et par conséquent leurs épaisseurs finales [146]. En particulier, une augmentation de la proportion des fibres de lin, d'une épaisseur de paroi plus importante et d'une plus faible flexibilité, conduit à une augmentation de l'épaisseur du papier résultant. Finalement, on observe de la Figure 3.10 que l'augmentation de la longueur des fibres de lin (L_{Lin}) est caractérisée par un effet limité sur l'épaisseur du papier, effet qui devient de plus en plus négligeable en augmentant la densité surfacique du papier.

3.3.3 Perméabilité de la couche papier

La couche de papier est caractérisée par deux mesures de perméabilités prises dans deux directions principales; la direction transversale (CD) au dépôt de fibres dans le tambour rotatif (Figure 3.1 a) et la direction machine (MD) correspondant au sens de rotation du tambour. Dans ce qui suit K_x^{papier} désigne la mesure de la perméabilité planaire du papier dans la direction transversale (CD) et K_y^{papier} désigne la perméabilité du papier dans la direction de la machine (MD). Les tests de perméabilité ont été réalisés avec le montage présenté à la Figure 3.2 en utilisant toujours l'huile moteur comme liquide d'imprégnation et à une fraction volumique de fibre de 35%. Les résultats des mesures de perméabilité sont donnés au Tableau 3.2.

Les résultats montrent une différence significative des perméabilités mesurées dans les deux directions. La perméabilité K_y^{papier} , dans la direction machine (MD), est supérieure à la perméabilité K_x^{papier} , dans la direction transversale (CD), par un facteur de 1 à 3 pour des fibres de lin de 5 mm et un facteur de 1 à 4 pour des fibres de lin de 10 mm. De par l'effet d'entraînement au moment du dépôt de la suspension de fibres sur la toile de formation, un alignement préférentiel des fibres dans la direction machine est obtenu. Cela diminue la résistance à l'écoulement du fluide dans cette direction et augmente ainsi la perméabilité K_y^{papier} . Au contraire, dans la direction transversale la plupart des fibres sont orientées perpendiculairement au sens de l'écoulement du fluide, ce qui augmente la résistance à l'écoulement et diminue la perméabilité K_x^{papier} .

Tableau 3.2: Perméabilité planaire des papiers étudiés.

DS _{papier} (g/m ²)	W _{Lin} (%)	L _{Lin} = 5mm				L _{Lin} = 10mm			
		K_x^{papier}	Stdv	K_y^{papier}	Stdv	K_x^{papier}	Stdv	K_y^{papier}	Stdv
		(m ²)	K_x^{papier}	(m ²)	K_y^{papier}	(m ²)	K_x^{papier}	(m ²)	K_y^{papier}
28.92	0	7.78E ⁻¹¹	2.04E ⁻¹²	2.65E ⁻¹¹	3.82E ⁻¹²	7.78E ⁻¹¹	3.82E ⁻¹²	2.65E ⁻¹¹	3.70E ⁻¹²
28.92	25	1.88E ⁻¹⁰	1.10E ⁻¹¹	9.95E ⁻¹⁰	1.04E ⁻¹¹	2.07E ⁻¹⁰	1.10E ⁻¹¹	3.01E ⁻⁰⁹	1.06E ⁻¹¹
28.92	50	2.89E ⁻¹⁰	2.58E ⁻¹¹	2.69E ⁻⁰⁹	1.11E ⁻¹⁰	3.86E ⁻¹⁰	2.67E ⁻¹¹	3.91E ⁻⁰⁹	9.35E ⁻¹¹
28.92	75	3.21E ⁻¹⁰	1.24E ⁻¹¹	3.39E ⁻⁰⁹	3.74E ⁻¹¹	4.30E ⁻¹⁰	1.05E ⁻¹¹	4.27E ⁻⁰⁹	1.02E ⁻¹⁰
38.21	0	5.08E ⁻¹¹	4.93E ⁻¹²	1.39E ⁻¹¹	4.67E ⁻¹²	5.08E ⁻¹¹	4.67E ⁻¹²	1.39E ⁻¹¹	4.51E ⁻¹²
38.21	25	1.13E ⁻¹⁰	1.93E ⁻¹¹	4.39E ⁻¹⁰	1.45E ⁻¹¹	1.32E ⁻¹⁰	2.18E ⁻¹²	9.69E ⁻¹⁰	2.10E ⁻¹¹
38.21	50	1.75E ⁻¹⁰	1.48E ⁻¹¹	6.69E ⁻¹⁰	3.02E ⁻¹¹	2.28E ⁻¹⁰	1.50E ⁻¹¹	1.87E ⁻⁰⁹	1.45E ⁻¹¹
38.21	75	2.04E ⁻¹⁰	1.16E ⁻¹¹	9.69E ⁻¹⁰	6.66E ⁻¹²	2.87E ⁻¹⁰	3.48E ⁻¹²	2.10E ⁻⁰⁹	3.37E ⁻¹¹
46.58	0	7.15E ⁻¹²	2.48E ⁻¹³	9.81E ⁻¹²	2.23E ⁻¹³	7.15E ⁻¹²	5.12E ⁻¹³	9.81E ⁻¹²	1.02E ⁻¹³
46.58	25	5.37E ⁻¹¹	2.31E ⁻¹²	2.61E ⁻¹⁰	2.80E ⁻¹¹	9.77E ⁻¹¹	4.82E ⁻¹³	3.01E ⁻¹⁰	2.66E ⁻¹¹
46.58	50	1.12E ⁻¹⁰	1.07E ⁻¹¹	3.88E ⁻¹⁰	1.02E ⁻¹¹	1.53E ⁻¹⁰	5.88E ⁻¹¹	8.92E ⁻¹⁰	1.69E ⁻¹⁰
46.58	75	1.42E ⁻¹⁰	3.56E ⁻¹¹	6.38E ⁻¹⁰	5.26E ⁻¹¹	2.06E ⁻¹⁰	2.04E ⁻¹¹	1.02E ⁻⁰⁹	1.94E ⁻¹⁰

En général, une augmentation de la densité surfacique du papier (DS_{papier}) diminue sa perméabilité dans les deux directions CD et MD. Tandis qu'une augmentation de la teneur en fibres courtes de lin a un effet inverse. Une augmentation de la longueur de la fibre de lin produit également une légère augmentation de la perméabilité dans les deux directions.

3.3.4 Effet de l'ajout des fibres courtes de lin sur la perméabilité globale du renfort

L'objectif principal de cette partie est d'examiner l'influence de l'ajout des fibres courtes de lin sur les perméabilités K_x et K_y du renfort UD lin/papier. Les tests de perméabilité ont été réalisés avec le montage présenté à la Figure 3.2 en utilisant toujours l'huile moteur comme liquide d'imprégnation.

Dans ce qui suit, il est supposé que les couches de lin unidirectionnel ont la même densité surfacique dans tous les renforts évalués, de sorte que seulement la densité du papier

change. Cette hypothèse est raisonnable dans la mesure où les fibres unidirectionnelles de lin sont réparties de manière égale (même nombre de fils par unité de largeur par couche de lin). La variabilité est également supposée assez faible de sorte qu'on suppose que les différentes couches de lin ont la même perméabilité. Ainsi, la variation des valeurs de perméabilité du renfort UD lin/papier n'est influencée que par les propriétés de la couche papier. Les perméabilités mesurées pour une couche de lin unidirectionnel, à une fraction volumique de fibre de 35%, sont : $K_x^{UD} = 4.209 \text{ E}^{-11} (\pm 3.56 \text{ E}^{-12}) (\text{m}^2)$ et $K_y^{UD} = 3.137 \text{ E}^{-10} (\pm 5.38 \text{ E}^{-11}) (\text{m}^2)$.

Les Figures 3.11 et 3.12 présentent l'évolution des perméabilités K_x et K_y en fonction de la densité surfacique du papier (DS_{papier}) et de la fraction massique de lin (W_{Lin}) dans le papier, pour une fraction volumique globale de fibre constante de 35%. Il peut être clairement observé à partir des figures que K_y est toujours supérieur à K_x . Ceci est premièrement dû au fait que les couches de papier sont toujours empilées de telle sorte que l'axe (y) coïncide avec la direction MD, ce qui, tel que discuté plus haut, résulte en une perméabilité supérieure K_y^{papier} . Mais l'explication principale réside dans l'alignement des fils unidirectionnels de lin dans la direction (y). Il est en effet évident que l'écoulement du fluide entre les mèches (le long des fibres) est plus important que dans la direction transversale des mèches [147].

Les courbes des Figures 3.11 et 3.12 confirment l'influence des propriétés du papier sur la perméabilité du renfort. Pour les deux directions de mesure, une importante différence dans les valeurs de perméabilité est obtenue en faisant varier la couche papier. En tenant compte de l'hypothèse de départ, qui considère la perméabilité de la couche UD de lin constante, ces différences confirment l'importante contribution de la perméabilité du papier sur la perméabilité globale du renfort.

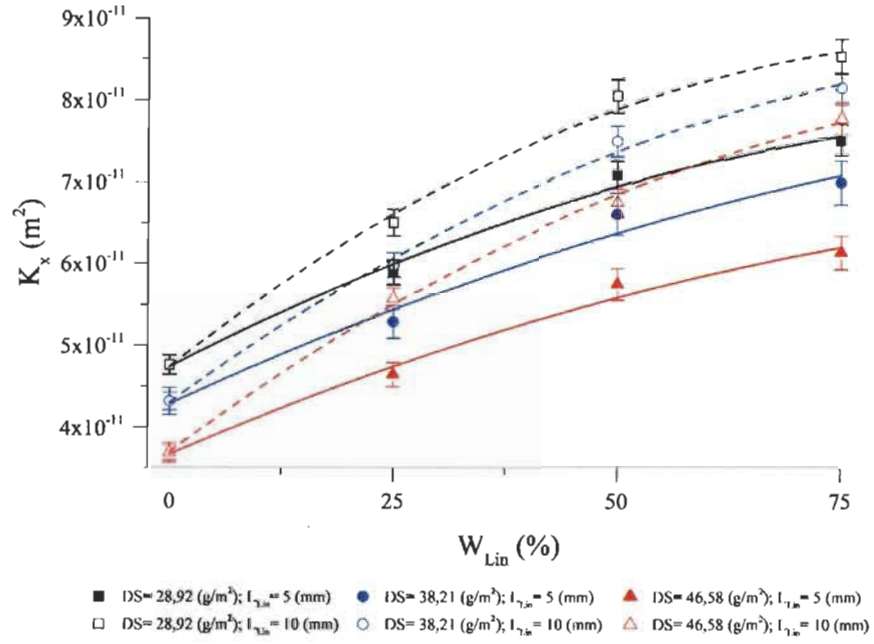


Figure 3.11: Effet des propriétés du papier sur la perméabilité du renfort (K_x).

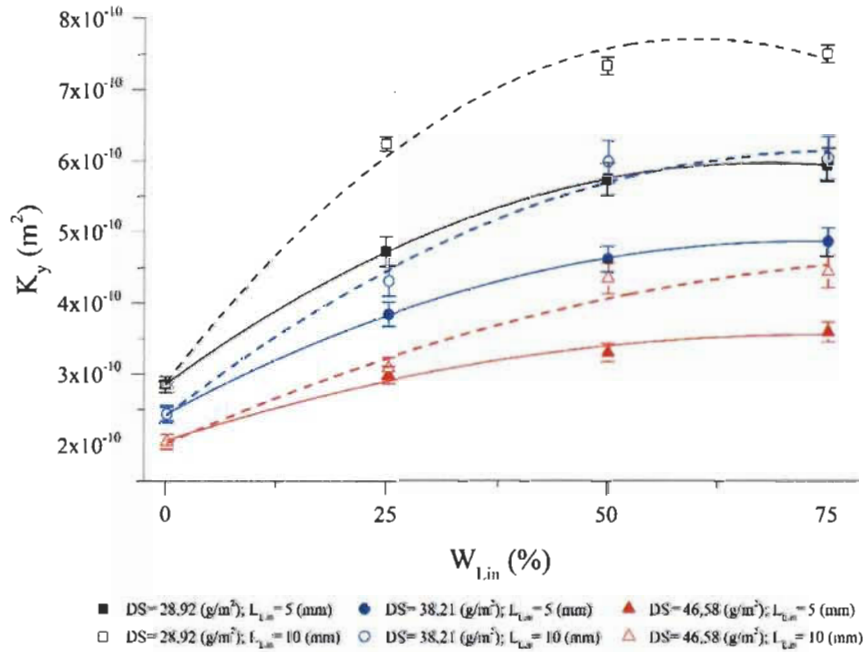


Figure 3.12: Effet des propriétés du papier sur la perméabilité du renfort (K_y).

3.3.5 Modélisation de la perméabilité du renfort

Dans cette section la perméabilité du renfort est modélisée en fonction des perméabilités individuelles des couches constitutives de papier et de lin. Les perméabilités K_x et K_y des Figures 3.11 et 3.12 montrent des tendances clairement similaires et montrent que les perméabilités sont également affectées de façon similaire par les propriétés du papier. Cette corrélation peut être identifiée analytiquement par des méthodes statistiques, ce qui permet par la suite d'établir des modèles analytiques reliant les variables étudiées à la perméabilité globale du renfort.

Une analyse par composantes principales (ACP) a été effectuée sur les données des Figures 3.11 et 3.12 et les perméabilités individuelles des couches de papiers présentées au Tableau 3.2. Cette analyse permet d'étudier les effets combinés entre les variables DS_{papier} , W_{Lin} , L_{Lin} , K_x^{papier} , K_y^{papier} , K_x et K_y . Les coefficients de la matrice de corrélation sont d'abord calculés comme indiqué dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3: Coefficients de la matrice de corrélation.

	SD_{papier}	W_{Lin}	L_{Lin}	K_x^{papier}	K_y^{papier}	K_x	K_y
SD_{papier}	1	-0.296	-0.072	-0.762	-0.753	-0.606	-0.760
W_{Lin}		1	1.101E ⁻¹⁶	0.7535	0.592	0.872	0.689
L_{Lin}			1	0.197	0.253	0.266	0.256
K_x^{papier}				1	0.938	0.933	0.963
K_y^{papier}		Sym			1	0.81	0.944
K_x						1	0.913
K_y							1

Les projections des deux premières composantes principales des sept variables du Tableau 3.3 sont présentées dans le biplot de la Figure 3.13. L'effet de la longueur des fibres est représenté par les deux nuages de points dans différentes régions de la deuxième

composante principale. Tous les autres effets sont affichés le long de la première composante principale.

Cette projection confirme que la densité surfacique du papier (DS_{papier}) affecte négativement K_x^{papier} , K_y^{papier} , K_x et K_y , alors que la fraction massique des fibres courtes de lin (W_{Lin}) les affectent positivement. Plus important encore, les perméabilités globales du renfort K_x et K_y se retrouvent au même endroit que les perméabilités de la couche papier K_x^{papier} et K_y^{papier} . Ceci permet de conclure l'effet de la perméabilité du papier sur la perméabilité globale du renfort.

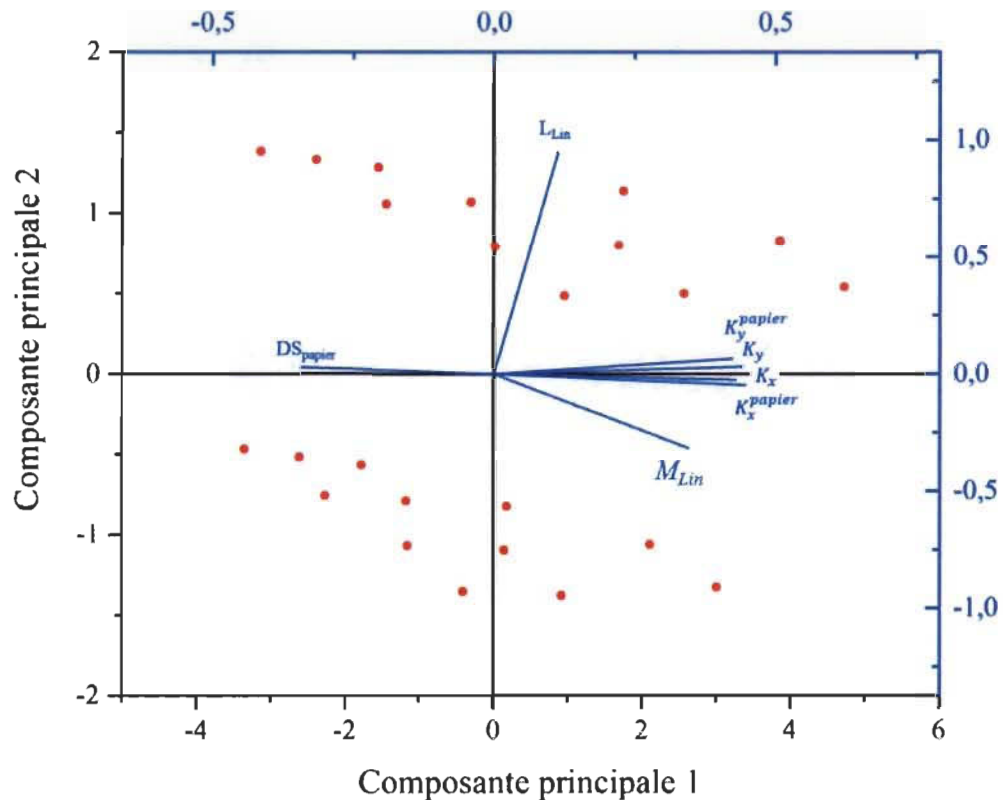


Figure 3.13 : Projection des deux premiers composants de l'analyse ACP.

En utilisant des régressions linéaires sur les données du Tableau 3.2, des modèles peuvent être obtenus pour exprimer la perméabilité globale du renfort en fonction des perméabilités individuelles des couches constitutives :

$$K_x = 881E^{-3} \times K_x^{UD} + 185E^{-3} \times K_x^{papier} - 6.05E^{-3} \times K_y^{papier}; R^2 = 0.8989 \quad (3.5)$$

$$K_y = 752E^{-3} \times K_y^{UD} + 905E^{-3} \times K_x^{papier} + 41.3E^{-3} \times K_y^{papier}; R^2 = 0.9364 \quad (3.6)$$

D'autre part, les perméabilités individuelles de chaque constituant peuvent être utilisées pour de prédire la perméabilité globale du renfort en utilisant l'équation 3.7 [148, 149]:

$$K_{x,y} = \frac{1}{h_t} \sum_i^n h^i K_{x,y}^i \quad (3.7)$$

où $K_{x,y}$ est la perméabilité du renfort dans les deux directions (x ou y), n le nombre de couches individuelles (de lin UD et de papier), h_t l'épaisseur total du renfort et h^i et $K_{x,y}^i$ sont les épaisseurs des couches individuelles et leurs perméabilités dans la direction correspondante (x ou y), respectivement.

Les perméabilités calculées par l'équation 3.7, en utilisant les perméabilités de la couche UD lin et de la couche papier présentées plus haut (Tableau 3.2), sont données dans le Tableau 3.3.

Deux autres modèles linéaires exprimant la perméabilité globale du renfort en fonction des perméabilités individuelles sont ainsi obtenus:

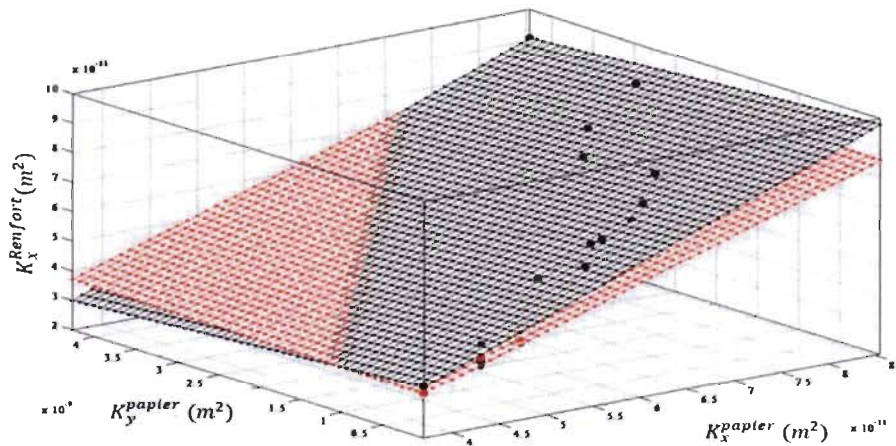
$$K_x = 825E^{-3} \times K_x^{UD} + 214.7E^{-3} \times K_x^{papier} - 7.965E^{-3} \times K_y^{papier}; R^2 = 0.91673 \quad (3.8)$$

$$K_y = 798E^{-3} \times K_y^{UD} + 535E^{-3} \times K_x^{papier} + 79E^{-3} \times K_y^{papier}; R^2 = 0.96446 \quad (3.9)$$

La comparaison des modèles des équations 3.5 et 3.6 d'une part, et 3.8 et 3.9 d'autre part, est présentée aux figures 3.14 et 3.15. On observe une bonne corrélation entre les deux types de modèles, ce qui se traduit par une uniformité des perméabilités obtenues tant expérimentalement que par les modèles théoriques, pour une fraction volumique de 35%.

Tableau 3.3: Perméabilité globale du renfort obtenu à partir de l'équation (3.7).

DS _{papier} (g/m ²)	W _{Lin} (%)	L _{Lin} = 5 mm				L _{Lin} = 10 mm			
		K _x (E ⁻¹¹ m ²)	Stdv K _x (E ⁻¹³ m ²)	K _y (E ⁻¹⁰ m ²)	Stdv K _y (E ⁻¹³ m ²)	K _x (E ⁻¹¹ m ²)	Stdv K _x (E ⁻¹³ m ²)	K _y (E ⁻¹⁰ m ²)	Stdv K _y (E ⁻¹³ m ²)
28.92	0	4.59	3.15	2.78	5.90	4.59	6.01	2.78	5.82
28.92	25	5.89	18	3.89	17	6.11	18.0	6.23	17.3
28.92	50	7.08	42.6	5.88	183	8.22	44.1	7.31	154
28.92	75	7.50	20.7	6.75	62.6	8.79	17.5	7.79	170
38.21	0	4.35	12.3	2.57	11.7	4.35	11.7	2.57	11.3
38.21	25	5.47	49	3.33	36.8	5.81	5.53	4.28	53.3
38.21	50	6.61	37.8	3.74	77.1	7.55	38.3	5.92	37
38.21	75	7.169	29.9	4.30	17.2	8.67	8.99	6.37	87.1
46.58	0	3.49	0.79	2.49	0.63	3.49	1.46	2.49	2.91
46.58	25	4.44	6.95	2.99	84.3	5.38	1.45	3.07	80.1
46.58	50	5.70	32.4	3.26	30.9	6.58	178	4.34	512
46.58	75	6.35	108	3.80	159	7.72	61.9	4.62	589



- Perméabilité prédite en utilisant eq 3,5 et 3,6
- Perméabilité prédite en utilisant eq 3,8 et 3,9

Modélisation des données expérimentales

Figure 3.14 : Comparaison entre les données des deux modèles pour K_x.

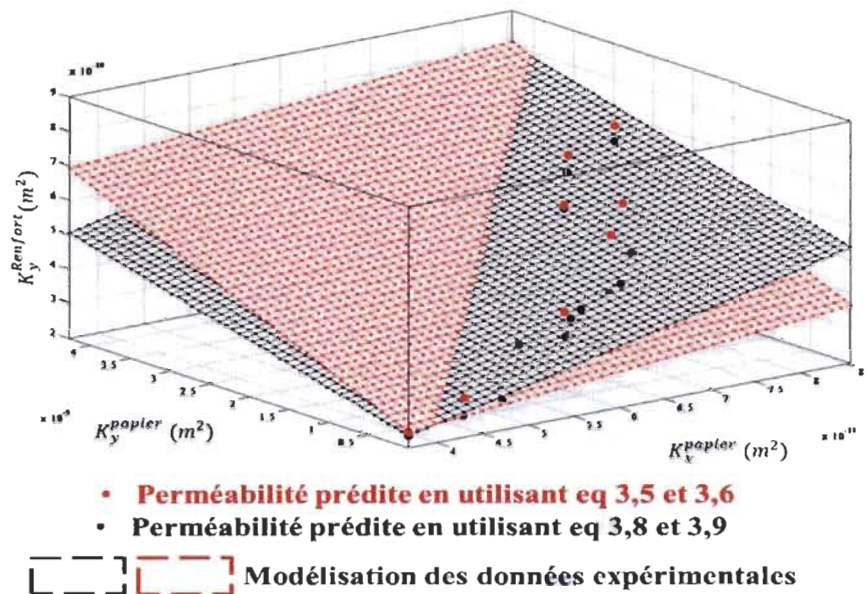


Figure 3.15 : Comparaison entre les données des deux modèles pour K_y .

3.3.6 Effet de l'orientation de la couche papier sur la perméabilité planaire des renforts

Pour le moulage de pièces composites, les valeurs de perméabilité dans les deux directions ne sont pas seulement des indicateurs du temps de remplissage du moule, mais elles définissent également la forme du front d'écoulement. Selon la taille de la pièce, on doit bien prévoir la forme du front d'écoulement par rapport à la géométrie du moule pour assurer l'imprégnation complète du renfort dans tous les détails de la pièce à mouler. La forme du front d'écoulement dans le cas du renfort étudié (UD lin-papier) est elliptique et l'axe majeur de l'ellipse correspond à la perméabilité élevée dans la direction longitudinale des fils de lin unidirectionnels. Une imprégnation plus limitée est observée dans la direction transversale (axe mineur de l'ellipse).

Sachant que la perméabilité du papier est différente dans les directions CD et MD, il est tout à fait possible que l'orientation du papier par rapport aux fils de lin UD puisse influencer la forme du front d'écoulement.

Les équations 3.8 et 3.9 sont utilisées à nouveau pour prédire la perméabilité du renfort dans les deux directions principales, mais cette fois-ci les couches de papier sont orientées différemment. La forme du front d'écoulement est elle-même prédite en utilisant l'équation 3.10 [143]:

$$\frac{R_y}{R_x} = \left(\frac{K_y}{K_x} \right)^{1/2} \quad (3.10)$$

Le rayon du front d'écoulement R_y peut donc être exprimé en fonction de R_x sous la forme suivante:

$$R_x = \frac{R_y}{\alpha} \quad (3.11)$$

Où $\alpha = \left(\frac{K_y}{K_x} \right)^{1/2}$, K_x et K_y sont les nouvelles valeurs de la perméabilité calculées avec les équations 3.8 et 3.9.

Le front d'écoulement est prédit pour deux cas différents, selon l'orientation du papier. Dans le premier cas (C1 dans la Figure 3.16), la direction MD de la couche de papier est parallèle aux fils de lin tandis que dans le second cas (C2 dans la Figure 3.16) la direction MD du papier est parallèle aux fils de lin. L'influence de l'orientation du papier et de ses propriétés est clairement observée sur la forme prédite des fronts d'écoulement montrée à la Figure 3.17. Il est clair que les rayons R_x et R_y définissant la forme du front d'écoulement sont très différents dans les deux cas C1 et C2.

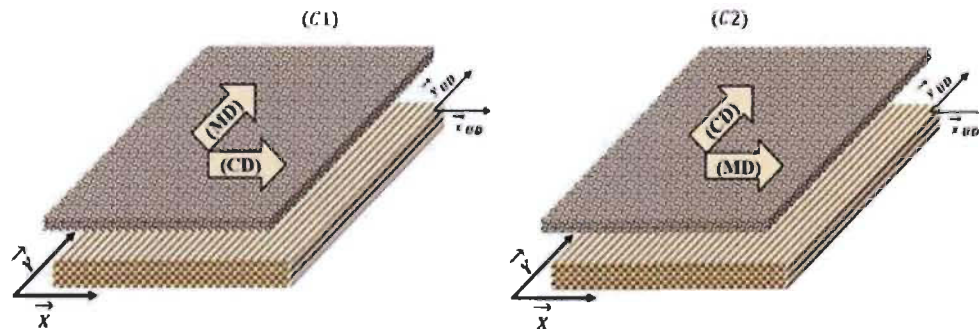


Figure 3.16 : Orientation des couches du renfort dans les deux cas C1 et C2.

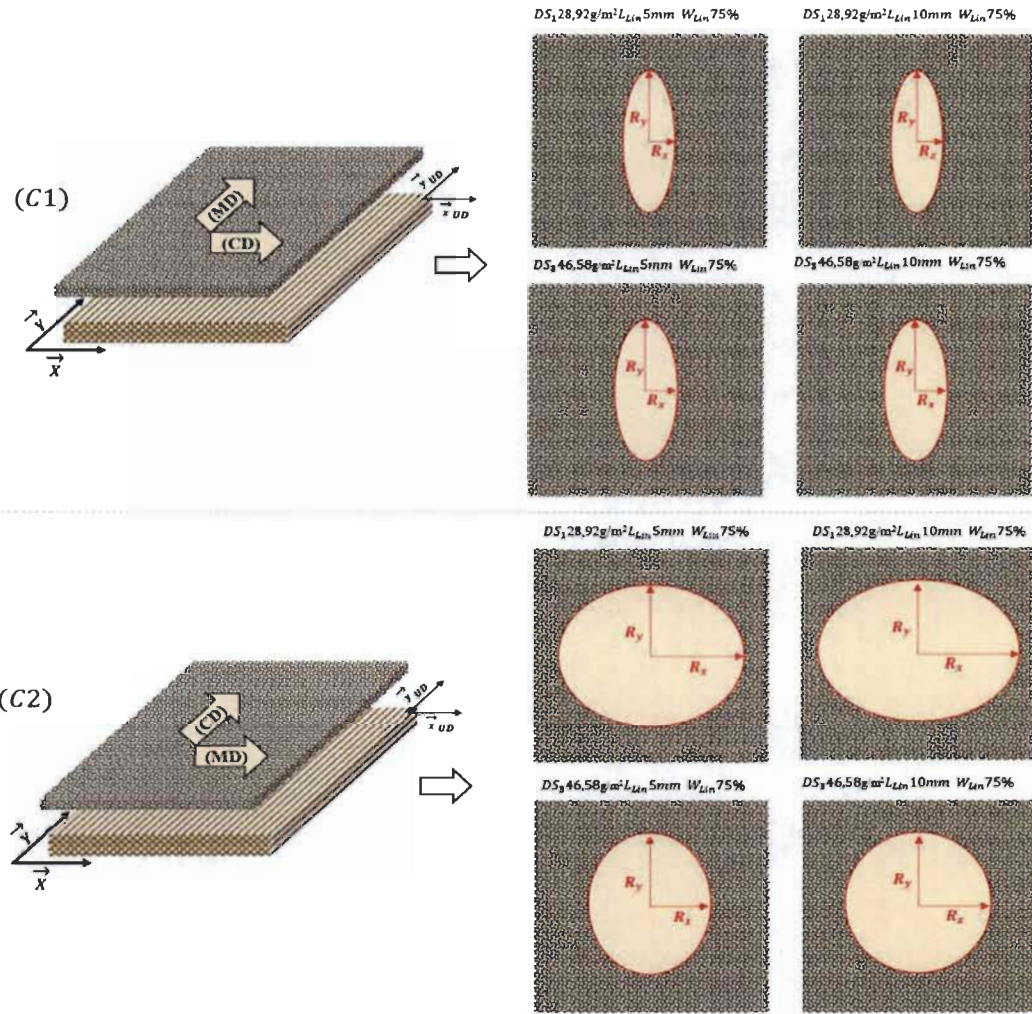


Figure 3.17 : Forme prédite du front d'écoulement pour les orientations C1 et C2 du papier par rapport au lin UD.

Une imprégnation limitée dans la direction X est observée pour le premier cas (C1), tandis qu'une augmentation significative de R_x et un effet plus prononcé de la longueur de la fibre de lin est observée pour le deuxième cas (C2). Ces dernières observations confirment que les propriétés du papier ont non seulement un effet significatif sur la perméabilité globale du renfort, mais elles influencent aussi la forme du front d'écoulement. La comparaison de la forme prédite du front d'écoulement dans les deux cas d'orientation C1

et C2 est généralisée pour tous les types de papier utilisés dans cette étude et le résultat de la prédiction est schématisé dans la figure 3.18. Ceci démontre que l'orientation du papier ainsi que ses propriétés ont une influence significative sur la forme du front d'écoulement. Dans le cas C2, le papier permet une meilleure imprégnation du renfort dans la direction transverse des UD.

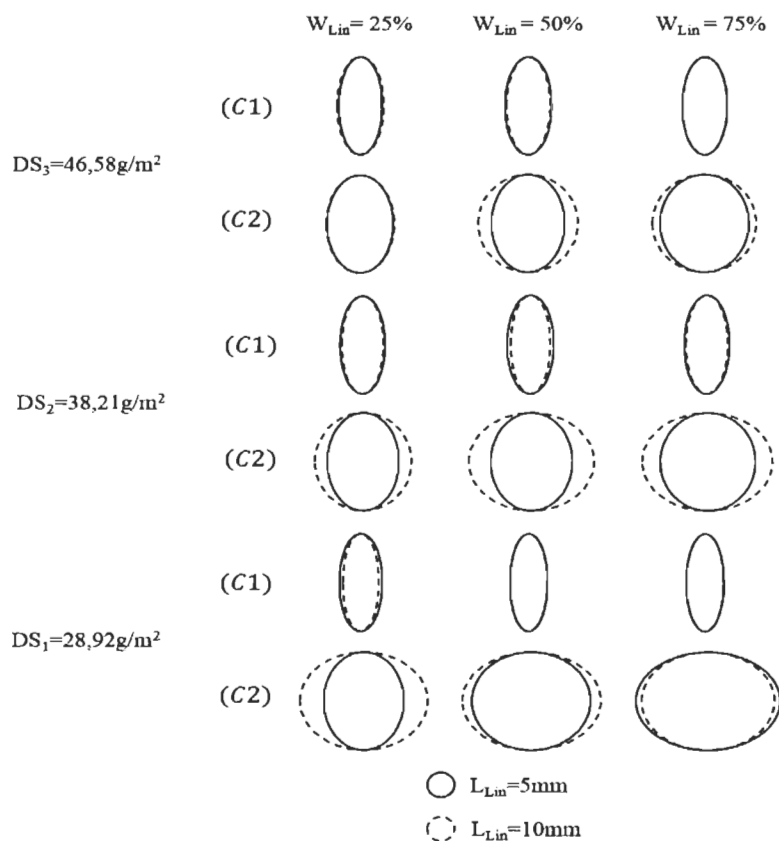


Figure 3.18 : Prédiction des formes des fronts d'écoulement généralisé.

3.4 Conclusions

L'ajout de diverses proportions de fibres courtes de lin (5 ou 10 mm) aux fibres Kraft de la phase papier d'un renfort lin UD-papier a été étudié dans ce chapitre. Les essais de

perméabilité effectués sur ce renfort ont démontré l'effet des propriétés de la couche papier sur la perméabilité globale ainsi que sur l'état d'imprégnation du renfort.

Les résultats obtenus suggèrent que pour obtenir une perméabilité optimale du renfort, la couche de papier utilisée doit être de faible densité surfacique et contenir une forte proportion de fibres courtes de lin de 10 mm ou plus de longueur moyenne.

En supposant une perméabilité constante pour les couches UD de lin, les résultats obtenus montrent que la perméabilité globale du renfort est affectée significativement par la perméabilité de la couche papier.

Pour faire ressortir cette influence une analyse PCA a été réalisée. Le résultat obtenu démontre une forte corrélation entre les variables manipulées de la couche papier et la perméabilité globale du renfort. De plus, les résultats confirment que les propriétés du papier affectent sa perméabilité de la même manière qu'ils affectent la perméabilité du renfort global. Dans ce contexte, deux modèles linéaires ont été proposés pour modéliser l'effet des perméabilités des couches individuelles sur la perméabilité globale du renfort. Ces modèles expérimentaux ont été comparés à celui de l'équation 3.7 tirée de la littérature. La reproduction des résultats expérimentaux par les deux modèles a permis d'utiliser ces derniers pour prédire la forme du front d'écoulement dans le renfort pour différentes orientations du papier par rapport au lin UD. Cette prédiction a montré l'influence des perméabilités CD et MD du papier sur la perméabilité et l'imprégnation globale du renfort selon les directions longitudinale et transversale du lin UD. Un changement significatif de la forme du front d'écoulement fut obtenu, ouvrant de nouvelles perspectives pour la composante papier du renfort.

CHAPITRE IV : Étude, fabrication et caractérisation expérimentale de mats à fibres courtes de lin

4.1 Introduction

Les résultats obtenus dans le chapitre précédent montrent que la couche de papier a une influence importante sur le comportement en imprégnation du renfort étudié. Il fut démontré qu'une proportion accrue de fibres de lin dans la couche papier affecte considérablement (positivement) la perméabilité globale du renfort lin UD-papier. Dans le présent chapitre et dans le même ordre d'idée, la couche de papier Kraft fut totalement remplacée par un mat à fibres courtes de lin, fabriqué par le même procédé papetier avec des longueurs de fibres différentes. L'objectif étant de pousser à l'extrême l'utilisation d'un papier fait de fibres courtes de lin seulement (appelé mats ci-après) pour vérifier jusqu'où la perméabilité peut être améliorée sans affecter la cohésion du renfort pour sa manipulation. Avant de débiter avec cette idée, il semblait d'abord indispensable de caractériser les mats envisagés comme renfort indépendant, sans les combiner avec des couches de lin UD, et d'identifier ainsi les paramètres qui le caractérisent.

La première partie de l'étude se concentre sur la microstructure du réseau fibreux des mats en examinant l'effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres utilisées sur sa porosité. On étudie aussi le comportement en imprégnation des mats en évaluant l'influence des paramètres caractéristiques et de moulage sur leur perméabilité.

L'étude de la perméabilité est suivie par l'étude des écoulements capillaires permettant de voir l'effet des propriétés des mats sur la saturation et la formation de porosité pendant l'imprégnation. Cela permet de déterminer la vitesse optimale d'imprégnation, selon la densité surfacique du mat, pour obtenir un minimum de porosité.

La troisième partie du chapitre traite des propriétés mécaniques en traction et en flexion des composites fabriqués avec ces mats imprégnés d'une matrice époxy. Les propriétés obtenues sont ensuite comparées aux prédictions de modèles micromécaniques tirés de la littérature pour des composites à fibres courtes. Le chapitre se termine par l'étude de

l'endommagement des composites à renforts mats chargés en traction et en flexion. L'évolution des différents mécanismes d'endommagement conduisant à la défaillance du matériau est ainsi étudiée.

4.2 Matériaux et méthodes

4.2.1 Fabrication des mats à fibres courtes de lin

Pour fabriquer des mats à fibres courtes de lin, des fils de lin Tex 5000 ont été coupés avec précision à des longueurs de 5 et 10 mm en utilisant un coupe-papier. Le cycle de production est le même que celui utilisé dans le chapitre précédent pour fabriquer du papier de type lin-kraft. L'auteur est prié de s'y référer pour plus de détails.

Une solution aqueuse de fibres en suspension d'une consistance initiale de 10% est diluée de nouveau pour atteindre une consistance de 0,5%. Le mélange est ensuite utilisé dans la formette dynamique et distribué à travers la buse sur toute la largeur de la toile de formation, à une vitesse constante. Il en résulte un mat de densité surfacique uniforme caractérisé par une bonne cohésion entre les fibres maintenues ensemble par des liens chimiques faibles (Van Der Walls) et par accrochage mécanique. Tous les mats fabriqués sont ensuite pressés à 1 bar et enfin séchés pour éliminer l'eau résiduelle par évaporation. Les échantillons de mat sont enfin coupés aux dimensions désirées. Les propriétés physiques de base des échantillons sont résumées au Tableau 4.1. Les épaisseurs des différents mats sont mesurées avec le même micromètre digital utilisé pour mesurer les épaisseurs des papiers étudiées dans le chapitre précédent.

Les renforts utilisés dans les essais de perméabilité sont préparés par empilement de quatre couches de mat découpées à l'aide du coupe-papier pour assurer des bords droits et ainsi éviter les écarts de chaque côté de l'échantillon (Figure 4.1). La taille des échantillons est de $200 \times 100 \text{ mm}^2$, ce qui correspond à la taille de la cavité du moule de mesure de la perméabilité. Les échantillons sont conditionnés pendant deux heures au four à 70°C afin d'éliminer complètement l'humidité.

Tableau 4.1: Caractéristique des couches de mat étudiées.

Désignation	Densité surfactive D_s (g/m^2)	Longueur de fibre L_f (mm)	Épaisseur E_p (μm)	V_f (%)
S50L5	50±2.46	5	176.08±7.94	19.62±0.89
S100L5	100±1.89	5	348,91±8.74	19.77±0.49
S150L5	150±3.64	5	379.88±5.78	27.24±0.41
S200L5	200±2.07	5	398,55±4.64	34.66±0.48
S50L10	50±3.82	10	180.81±6.14	19.09±0.65
S100L10	100±2.18	10	349.12±4.95	19.75±0.28
S150L10	150±3.91	10	386.90±6.70	26.74±0.46
S200L10	200±3.49	10	402.72±6.23	34.25±0.53



Figure 4.1 : Échantillon type de renfort utilisé pour les essais de perméabilité.

4.2.2 Méthode de détermination de la distribution de la taille des pores

La plupart des méthodes de caractérisation des paramètres morphologiques d'un milieu poreux, comme la taille et la forme des pores, sont détaillées par Cuperus et al [150].

La technique d'expulsion de liquide est basée sur la mesure de la pression nécessaire pour introduire de l'air à travers les pores remplis de liquide. Initialement, la membrane est complètement mouillée avec un fluide non mouillant. Les pores de la membrane sont remplis par le liquide en raison des forces capillaires, suivant l'équation :

$$2\pi r\gamma \cdot \cos \theta = \pi r^2 h \rho g \quad (4.1)$$

où r est le rayon capillaire, h la hauteur de la colonne capillaire, γ la tension de surface du liquide, ρ la densité du liquide, θ l'angle de contact et g est la pesanteur.

Les premières bulles apparaissent (le 'bubble point') à une pression qui correspond aux plus grands pores présent dans la membrane poreuse. Par la suite, l'augmentation de pression continue à vider des pores de taille de plus en plus faible jusqu'à ce que finalement la membrane soit séchée.

Un poromètre 3G (Figure 4.2), de Quantachrome Instruments™, a été utilisé pour mesurer la distribution de la taille de pores de chaque échantillon par la technique d'expulsion de liquide décrite ci-dessus [151]. Cet instrument peut être utilisé de manière efficace pour des tailles de pores variant de 0,013 à 500 μm de diamètre. L'échantillon est totalement saturé avec le liquide Quantachrome POROFIL™, caractérisé par une faible tension de surface et une faible pression de vaporisation, de telle sorte que tous les pores sont remplis de liquide. L'échantillon saturé est exposé à une pression de gaz croissante jusqu'au point où celle-ci peut surmonter la tension superficielle du liquide dans les pores pour l'expulser. Un premier cycle, appelé cycle «humide» est d'abord obtenu en suivant l'évolution de la pression du gaz en fonction du débit de liquide expulsé à travers l'échantillon. L'échantillon est ensuite séché et un deuxième cycle, appelé cycle «sec» est réalisé. La distribution de la taille des pores est calculée en comparant les flux de gaz du cycle "humide" et du cycle "sec".



Figure 4.2: Poromètre 3G™.

4.2.3 Analyse de la porosité par microscopie

Plusieurs techniques existent pour quantifier la porosité observable des matériaux poreux tels que les mats dans le cas présent. La microscopie moderne permet non seulement la visualisation à l'échelle microscopique, mais aussi la conversion de micrographies en images numériques pour le post-traitement. Ces images peuvent être optimisées et analysées à l'aide des outils de traitement et d'analyse d'image pour fournir une compréhension complémentaire de la structure interne du renfort [152]. Dans ce travail, un microscope numérique VHX-1000 a été utilisé pour caractériser la porosité observable. En suivant la méthode décrite dans [152], dix (10) images ont été prises pour chaque échantillon du Tableau 4.1 pour ensuite les analyser à l'aide d'un code Matlab de post-traitement. Cette analyse a été réalisée sur une seule couche de mat, à son épaisseur naturelle et sa fraction volumique correspondante (V_f), comme indiqué dans le tableau 4.1. La compression d'un mat à différentes épaisseurs augmente son V_f et diminue sa porosité, mais le but de cette analyse est de caractériser la structure fibreuse telle qu'obtenue du procédé de fabrication papetier décrit plus haut.

4.2.4 Détermination expérimentale de la perméabilité

La technique de mesure et les calculs réalisés pour déterminer les valeurs de perméabilité sont conformes aux directives inscrites dans le benchmark II [153]. Le montage de mesure de perméabilité est celui de l'École Polytechnique de Montréal, montré à la Figure 4.3. Il est caractérisé par un moule rigide avec une partie supérieure transparente permettant de faire le suivi du front d'écoulement, et une base inférieure rigide en acier. Un cadre intermédiaire permet d'ajuster l'épaisseur de la cavité. Les couches de renfort sont placées à l'intérieur de la cavité, entre la plaque supérieure et la plaque inférieure. Elles sont ensuite comprimées entre les plaques, en déplaçant la plaque d'acier inférieure, pour atteindre la fraction volumique désirée (V_f) ajustée par l'épaisseur du cadre intermédiaire.



Figure 4.3: Montage de mesure de perméabilité (PERMLAB 2).

Le fluide utilisé pour les essais de perméabilité est l'huile silicone de viscosité moyenne de 100 Pa.s. Puisque la viscosité change avec la température (Figure 4.4), la valeur utilisée dans le calcul de la perméabilité est ajustée à chaque essai en fonction de la température

réelle du milieu. Pour contrer l'effet des bords, qui est une source d'erreurs induite par les écoulements préférentiels de liquide de chaque côté du renfort, une pâte d'étanchéité de type «latex» est appliqué sur les deux côtés pour éviter ce phénomène. Les essais de perméabilité sont effectués à pression d'injection constante. La position du front d'écoulement est prélevée instantanément pendant l'essai, à travers une chaîne d'acquisition reliant le montage à un logiciel (Permlab™) installé sur ordinateur.

Permlab enregistre en temps réel l'évolution du front d'écoulement et sa vitesse et les affiche comme montré aux Figures 4.5 et 4.6. Dans ces figures, les points représentent les valeurs expérimentales recueillies pendant l'essai, tandis que la ligne est obtenue en utilisant la loi de Darcy. Permlab donne aussi en temps réel la valeur de la perméabilité mesurée, Figure 4.7, représentée par une ligne constante, et calculée par la méthode des moindres carrés. La valeur finale de la perméabilité est affichée sur une interface « Data results » de Permlab avec les courbes pertinentes (Figure 4.8).

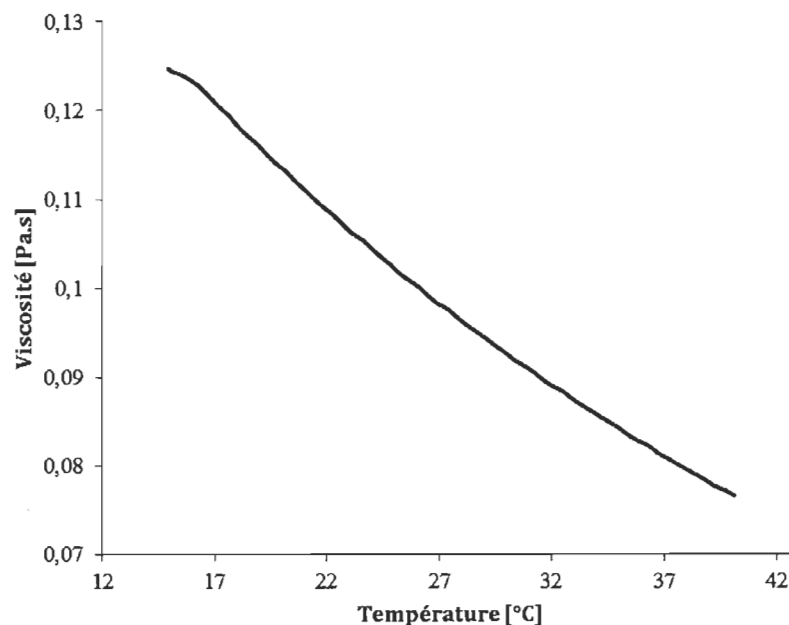


Figure 4.4: Variation de la viscosité de l'huile silicone en fonction de la température.

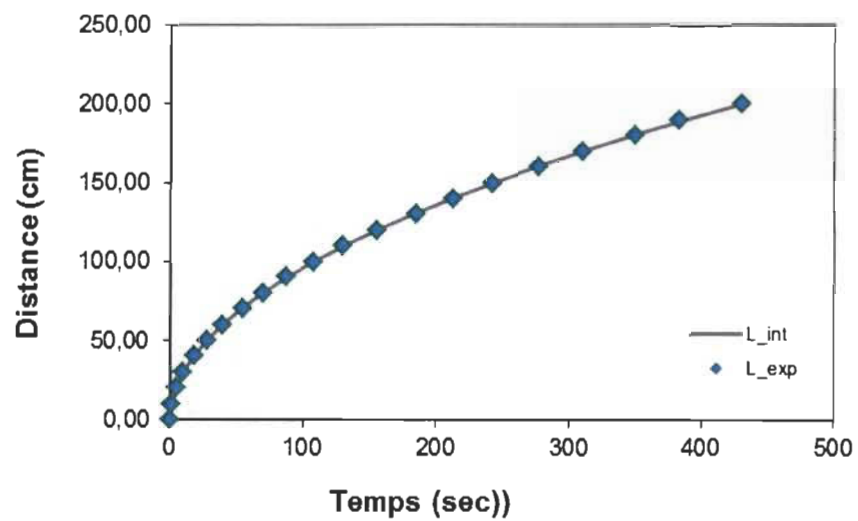


Figure 4.5 : Position du front d'écoulement en fonction du temps.

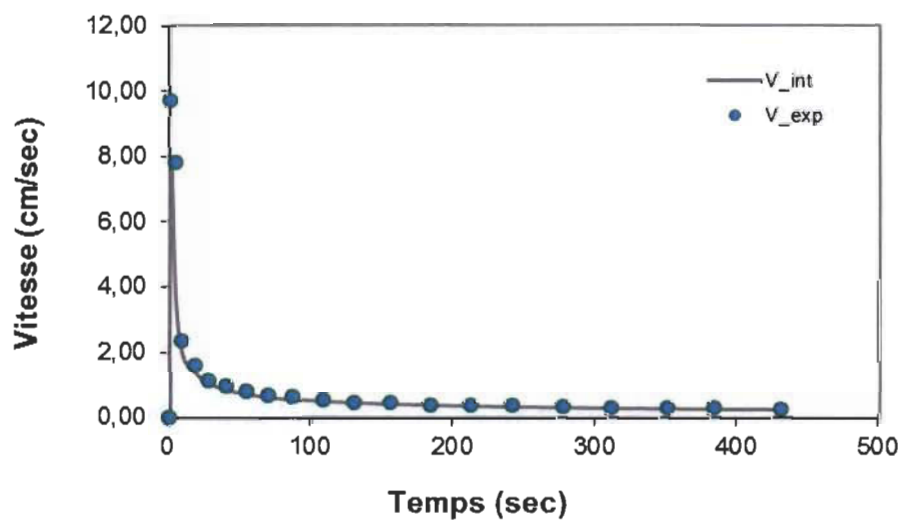


Figure 4.6 : Vitesse du front d'écoulement en fonction du temps.

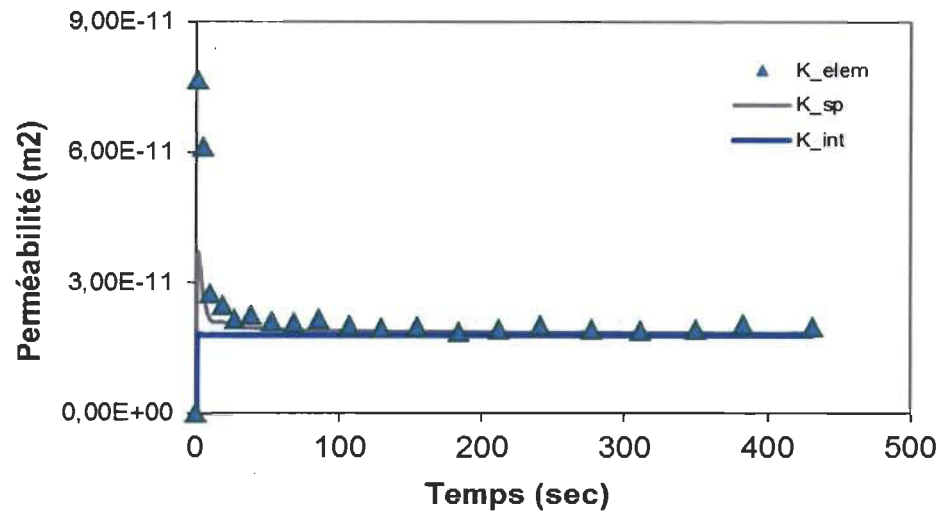


Figure 4.7: Perméabilité en fonction du temps.

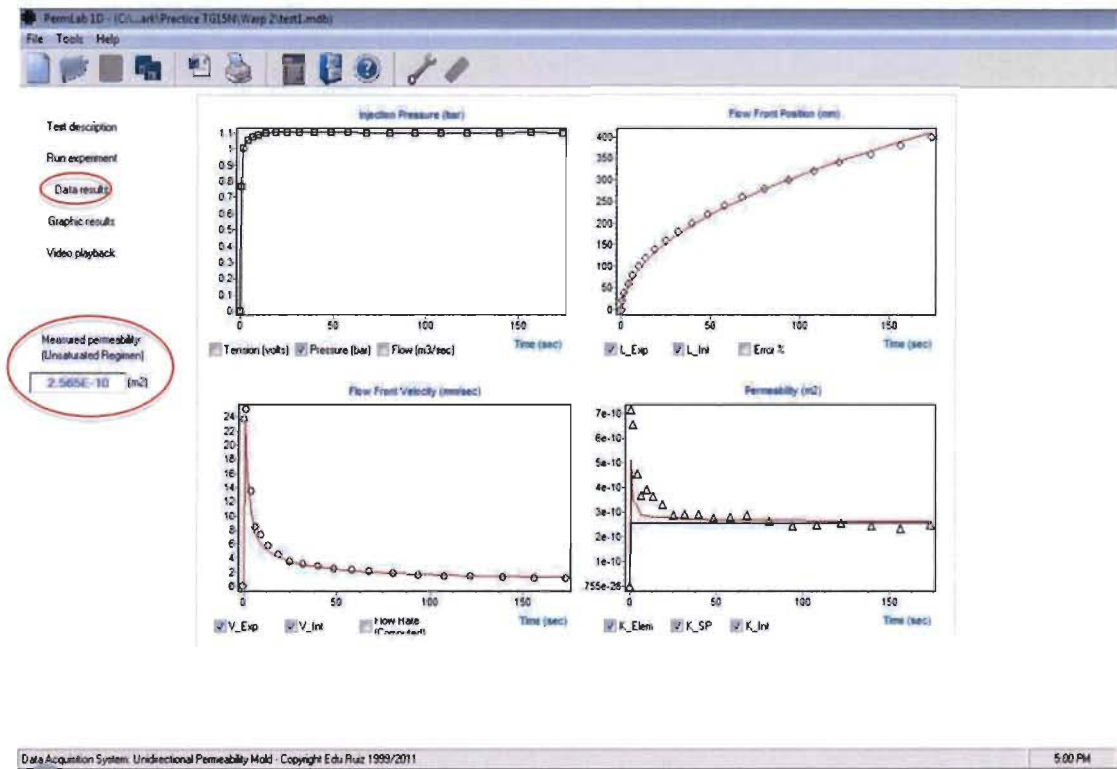


Figure 4.8: Interface « Data results » de Permlab™.

4.2.5 Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts

La caractérisation expérimentale des écoulements capillaires (par fluorescence) dans les renforts est réalisée en utilisant le même matériel et la même procédure établie par François LeBel et al. [123, 125, 126, 152, 154]. Tous les détails techniques du matériel utilisé ainsi que la procédure suivie pour avoir l'évolution de la masse et de la hauteur du liquide dans le temps pendant la montée capillaire du fluide d'infiltration sont détaillés dans les travaux de Fanaei [125] et LeBel [154].

Le principe de l'essai de montée capillaires à fluide fluorescent est schématisé à la Figure 4.9. Le fluide d'infiltration utilisé est l'hexadécane pur à 99% de Sigma-Aldrich. Ce fluide est mélangé au pyromethene 567A de la compagnie *Exciton*, lequel émet une fluorescence intense de couleur jaune-verte sous rayonnement ultraviolet. Les propriétés de l'hexadécane sont présentées au tableau 4.2.

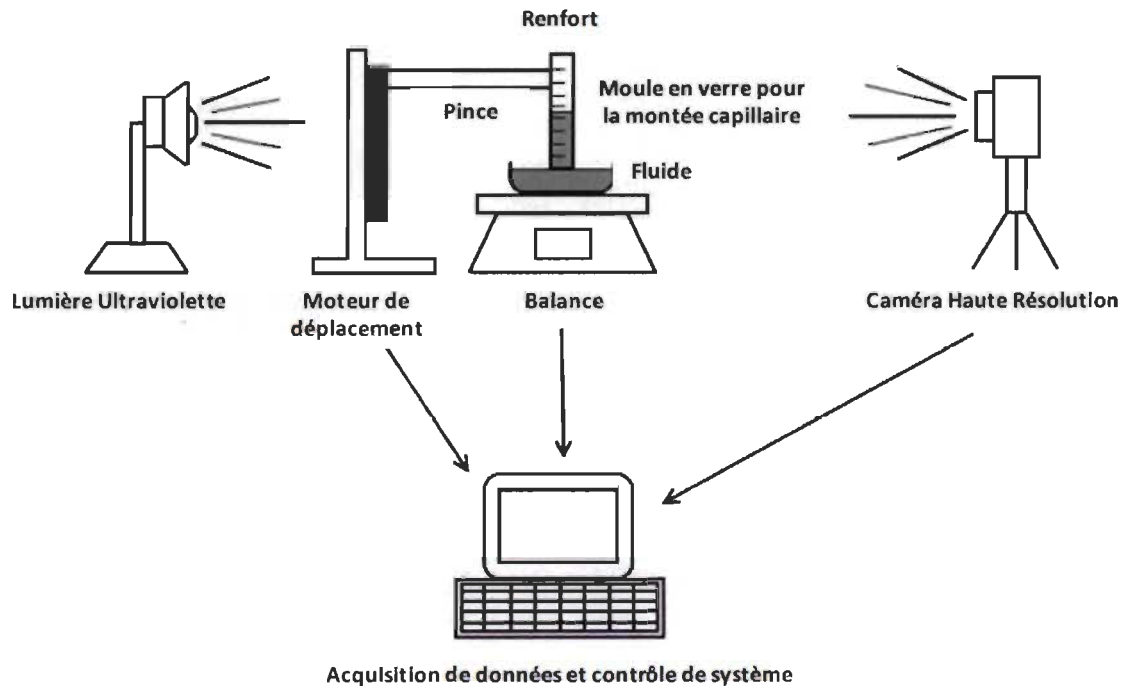


Figure 4.9: Configuration du montage capillaire [152].

Tableau 4.2 : Propriétés de l'hexadécane

Densité (Kg/m ³)	Viscosité dynamique (mPa.s)	Tension de surface (mN/m)	Angle de contact dynamique (degré)	Angle de contact statique (degré)
767.1948±0.0004	3.51±0.01	27.5±0.03	0	0

4.2.6 Caractérisation expérimentale des propriétés mécaniques

Pour réduire le nombre de couches nécessaires pour fabriquer des plaques composites respectant l'épaisseur minimale imposée par la norme ASTM D3039, des mats de 1600 g/m² fabriqués de fibres de 5 mm de longueur moyenne sont fabriqués avec la procédure décrite précédemment et utilisés dans les plaques afin d'étudier le comportement mécanique des composites résultants. Des plaques avec des fractions volumiques des fibres (V_f) allant de 10% à 50%, par incrément de 10%, sont ainsi obtenues. Le moulage est réalisé en utilisant le procédé RTM et le montage montré à la Figure 3.2. V_f est ajustée par des cales d'épaisseur permettant de fixer l'épaisseur de la cavité du moule. L'épaisseur requise a été calculée à partir de l'équation (3.4).

Les plaques de 250 x 150 mm² sont coupées en éprouvette selon les dimensions requises par la norme ASTM D3039 pour les essais de traction et ASTM D790 pour les essais de flexion. Les essais ont été effectués sur une machine Instron munie d'une cellule de charge de 150 KN pour les essais de traction et de 25 KN pour les essais de flexion. La Figure 4.10 montre quelques photographies des essais réalisés.



Figure 4.10: Essais de traction et de flexion d'un composite à renforts mats de lin et matrice époxy.

4.2.7 Caractérisation expérimentale de l'endommagement

Afin d'étudier l'endommagement des différents composites fabriqués, des essais d'émission acoustique ont été effectués en utilisant un dispositif de la compagnie Physical Acoustics Corporation (PAC), équipé de deux capteurs (type Micro-80 PAC, wideband 100-1000 kHz) montés sur la surface de l'échantillon d'essai, comme le montre la Figure 4.11, en utilisant un gel adhésif de silicone comme agent de couplage.

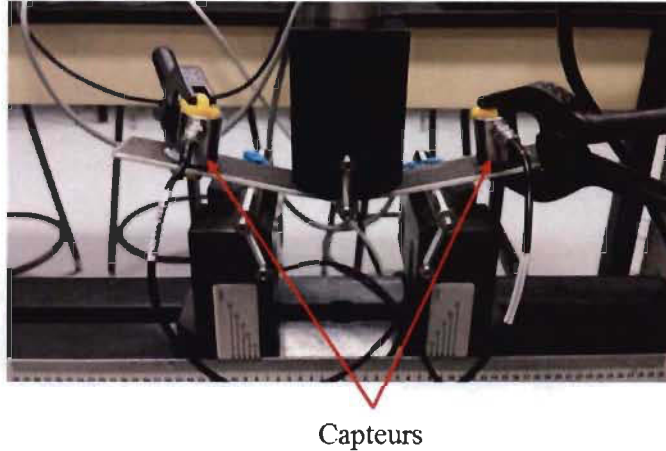


Figure 4.11 : Capteurs Micro-80 PAC.

4.3 Résultats et discussions

4.3.1 Étude de la porosité

4.3.1.1 Étude de la porosité par la méthode d'expulsion de liquide

La porosité est considérée comme un bon indicateur de la perméabilité. Elle est influencée à la fois par la structure interne du réseau fibreux et la morphologie de surface du renfort. La structure interne est contrôlée par le type, le diamètre et la longueur des fibres, leur orientation, et leur niveau de compactage [151].

L'analyse des mesures des tailles des pores est également importante afin d'établir la relation entre la taille moyenne des pores, la densité surfacique et la longueur des fibres. Cette relation aidera à comprendre la distribution, la compaction et la rupture des fibres courtes pendant les essais de sorte qu'il soit possible d'optimiser la fabrication des mats (c.-à-d. teneur en eau de la suspension aqueuse, pression de compaction, système de projection, etc.).

La Figure 4.12 présente la distribution de taille des pores, déterminée par le poromètre 3G™, pour tous les échantillons du Tableau 4.1. La distribution obtenue est de type log-

normal. Le logarithme de la taille des pores mesurée est approximativement Gaussien [155]. À partir des résultats obtenus, il est évident que la densité surfacique et la longueur de fibre ont un effet significatif sur le nombre et la taille des pores. En particulier, l'augmentation de la densité surfacique du mat diminue la taille de ses pores. Ceci peut être vu en comparant la taille de pores maximale (MaxPS) pour chaque densité surfacique (D_s), où MaxPS diminue avec une augmentation de D_s . Ces résultats sont cependant affectés par l'augmentation de V_f lorsque D_s augmente (voir le tableau 4.1). Il n'est donc pas possible de différencier ces deux contributions à la taille des pores.

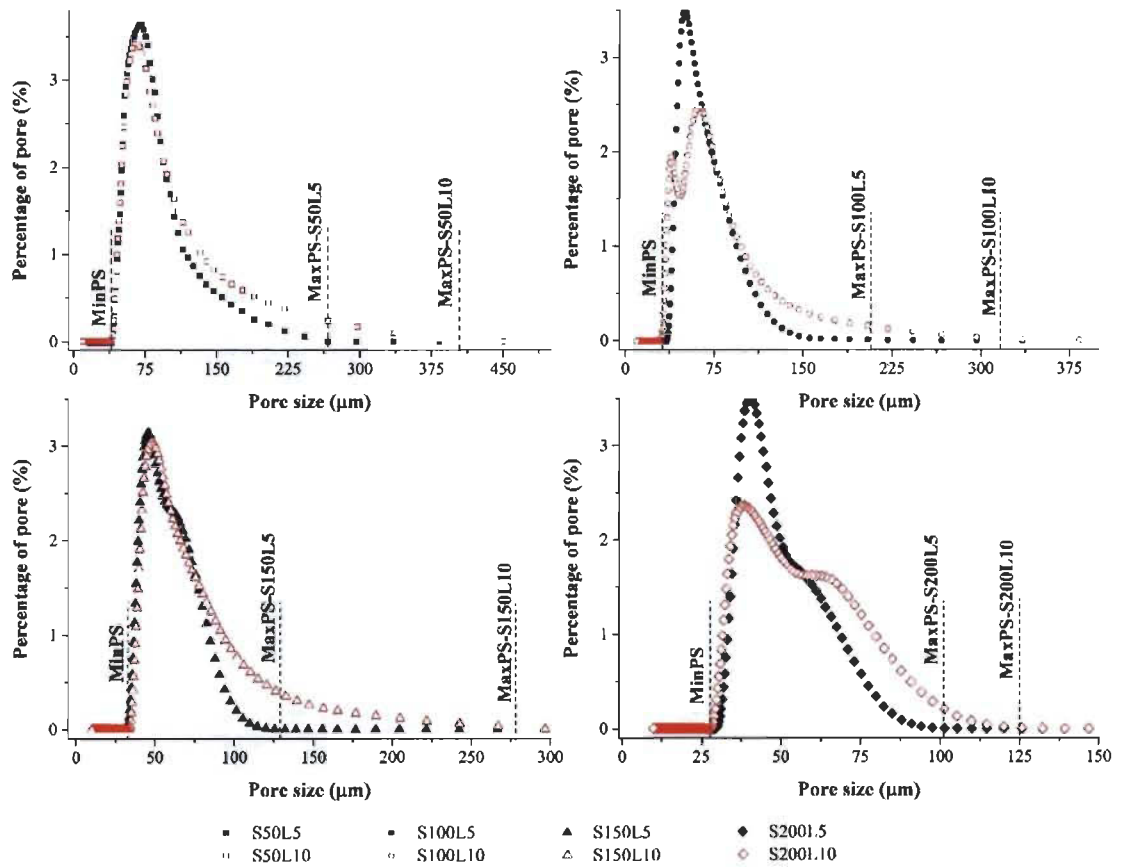


Figure 4.12: Effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres sur la distribution de la taille des pores.

La longueur des fibres a aussi un effet significatif sur la taille des pores. En général, des fibres plus longues augmentent le MaxPS et conduisent ainsi à une structure plus ouverte. Ceci peut être observé sur la Figure 4.13 où MinPS et MaxPS pour des mats à fibres de 5 mm sont toujours plus faibles que ceux des mats à fibres de 10 mm.

Les échantillons ayant une D_s de 50 et 100 g/m^2 ont été testés à $V_f = 19\%$, tandis que les échantillons de 150 et 200 g/m^2 ont été testés à des V_f de 27 et 34%, respectivement. Cette variation de V_f ne change pas les tendances observées concernant l'effet de la longueur des fibres sur MinPS et MaxPS. On peut donc conclure que pour une même densité surfacique et fraction volumique, des mats fabriqués avec des fibres plus longues vont présenter une perméabilité au liquide plus élevée et des temps d'impregnation plus courts.

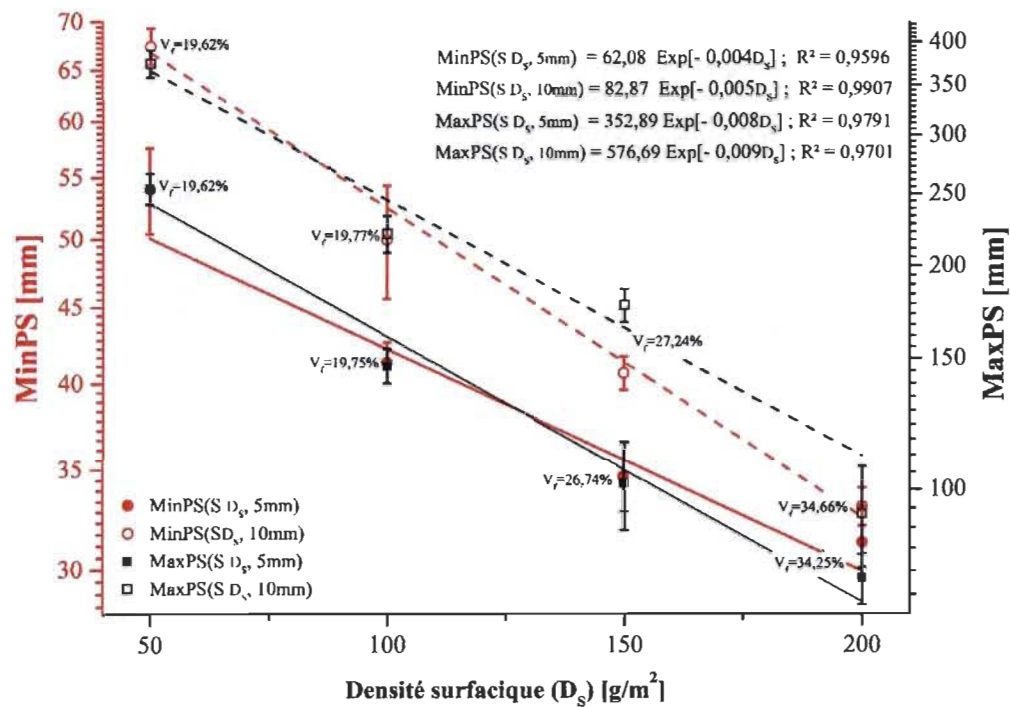


Figure 4.13: Effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres sur la taille minimale (MinPS) et maximale (MaxPS) des pores.

4.3.1.2 Étude de la porosité par microscopie

Les Figures 4.14 à 4.17 montrent une série de micrographies réalisées sur des mats du Tableau 4.1 après traitement d'image sur Matlab. Cette analyse a pour objectif d'évaluer la répartition des fibres de 5 et 10 mm dans les mats, à travers les pores observables dans le plan du renfort. À noter que cette porosité observable dans le plan, appelée "in-plane porosity", diffère de la porosité traditionnelle définie par le volume total des pores (ou pourcentage volumique) à l'intérieur du renfort fibreux.

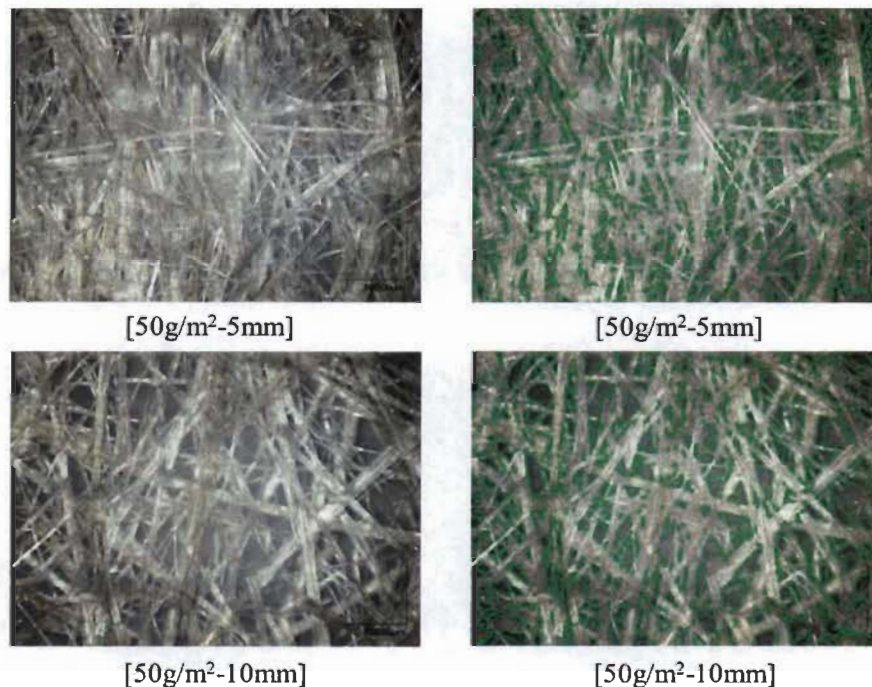


Figure 4.14: Identification des pores d'un mat à 50 g/m².

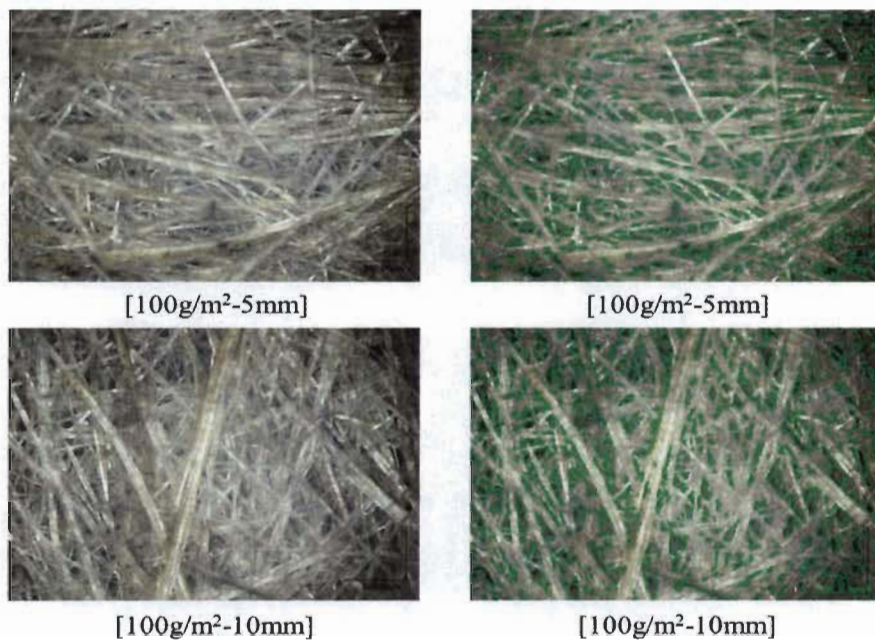


Figure 4.15: Identification des pores d'un mat à 100 g/m².

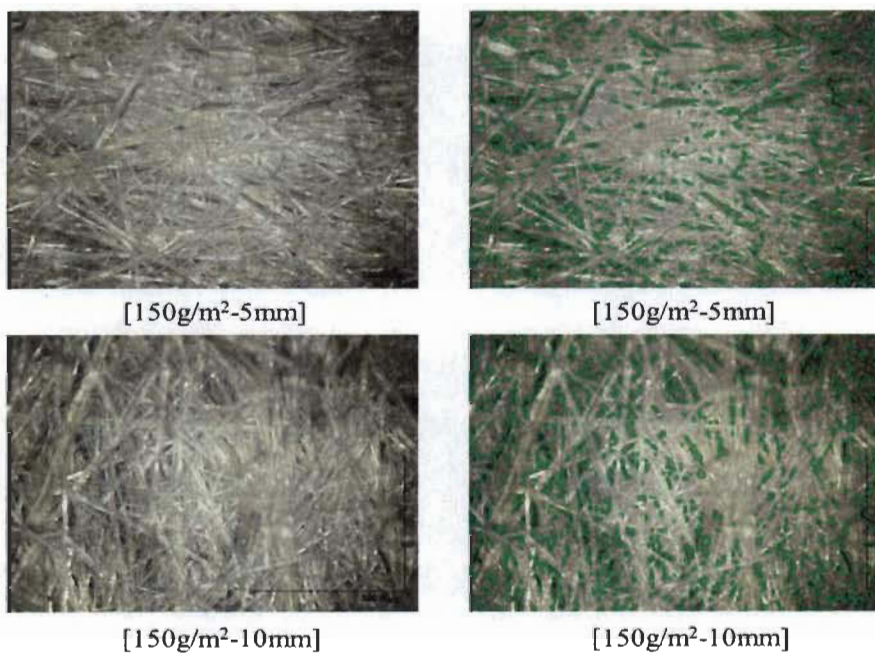


Figure 4.16: Identification des pores d'un mat à 150 g/m².

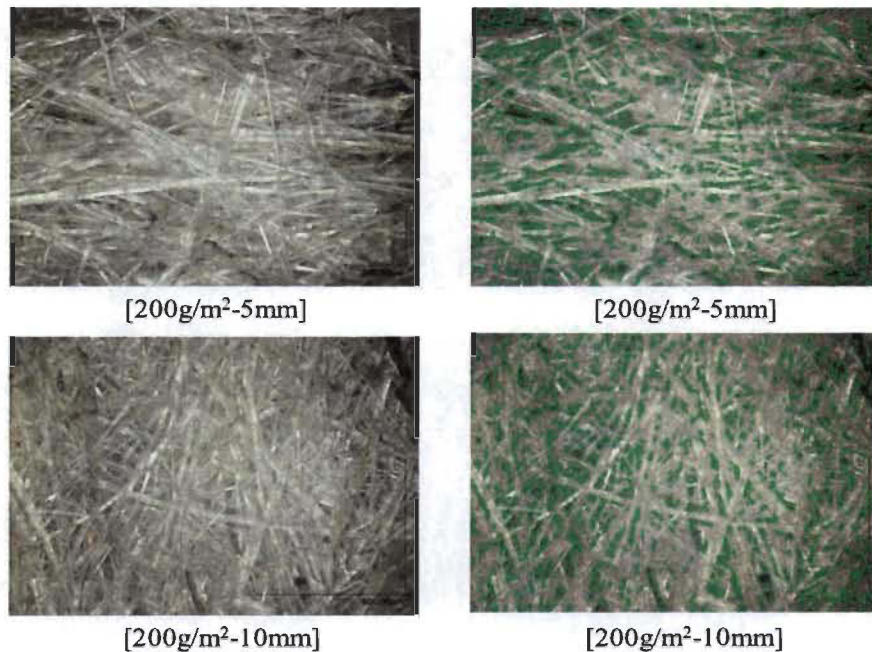


Figure 4.17: Identification des pores d'un mat à 200 g/m².

La Figure 4.18 présente l'évolution de la porosité observée dans le plan pour tous les mats étudiés. Une diminution linéaire de la porosité est obtenue avec l'augmentation de la densité surfacique. Rappelons de nouveau que les échantillons de 50 et 100 g/m² ont un V_f de 19%, tandis que les échantillons de 150 et 200 g/m² ont un V_f de 27 et 34%, respectivement. Cette variation du V_f montre la même variation linéaire que la porosité dans le plan, soit un effet similaire à l'effet d'une augmentation de la densité surfacique.

D'autre part, les mats à 10 mm de longueur de fibre présentent, dans tous les cas, une porosité dans le plan plus élevée que les mats à 5 mm. Ceci est dû à la topologie de la structure fibreuse qui est généralement caractérisée par une diminution des nombres de contacts et d'intersections fibre-fibre quand la longueur de fibre augmente. Cette observation est cohérente avec les résultats de la section 3.3.1 et les observations faites en lien avec les Figures 3.4 à 3.9.

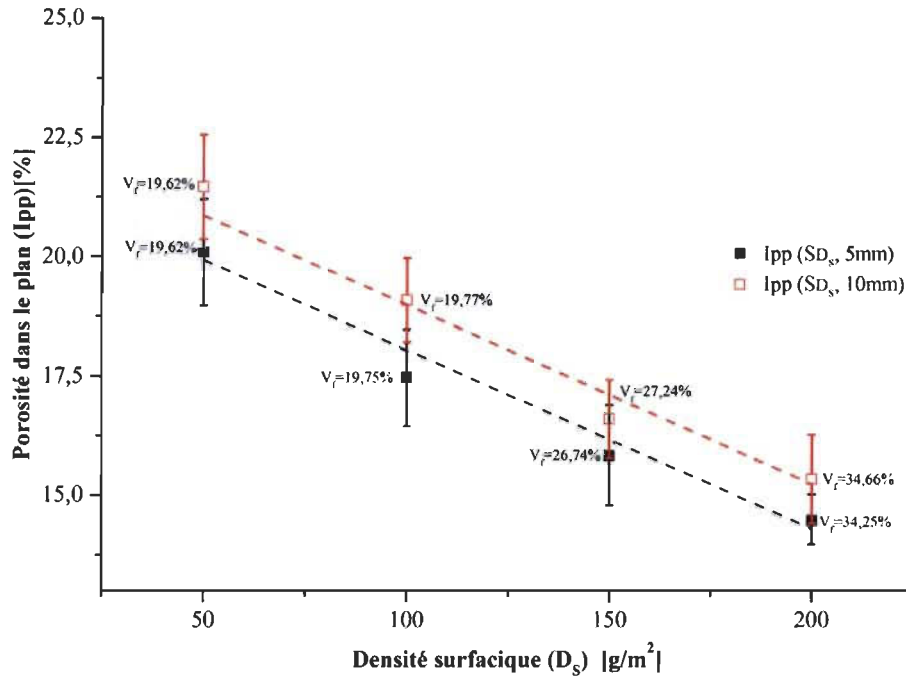


Figure 4.18: Effet de la densité surfacique et de la longueur des fibres de lin sur la porosité observable dans le plan.

Un modèle mathématique a été développé pour exprimer la porosité dans le plan (I_{pp}) en fonction de la densité surfacique du mat (D_s) et la longueur des fibres (L_f):

$$I_{pp} (\%) = 20.85 - 0.0375 D_s (g/m^2) + 0.19 L_f (mm) ; R^2 = 0.9682 \quad (4.2)$$

Les droites résultantes sont celles de la Figure 4.18. Le modèle concorde bien avec les résultats expérimentaux (points avec écarts-type).

4.3.2 Étude de la perméabilité

L'effet de la fraction volumique de fibres (V_f) sur la perméabilité d'un renfort a été largement étudié dans la littérature. Une augmentation de V_f diminue la porosité et donc la perméabilité du renfort [156]. La Figure 4.19 présente les résultats des mesures de la perméabilité planaire des mats à fibres de 5 mm en fonction de V_f .

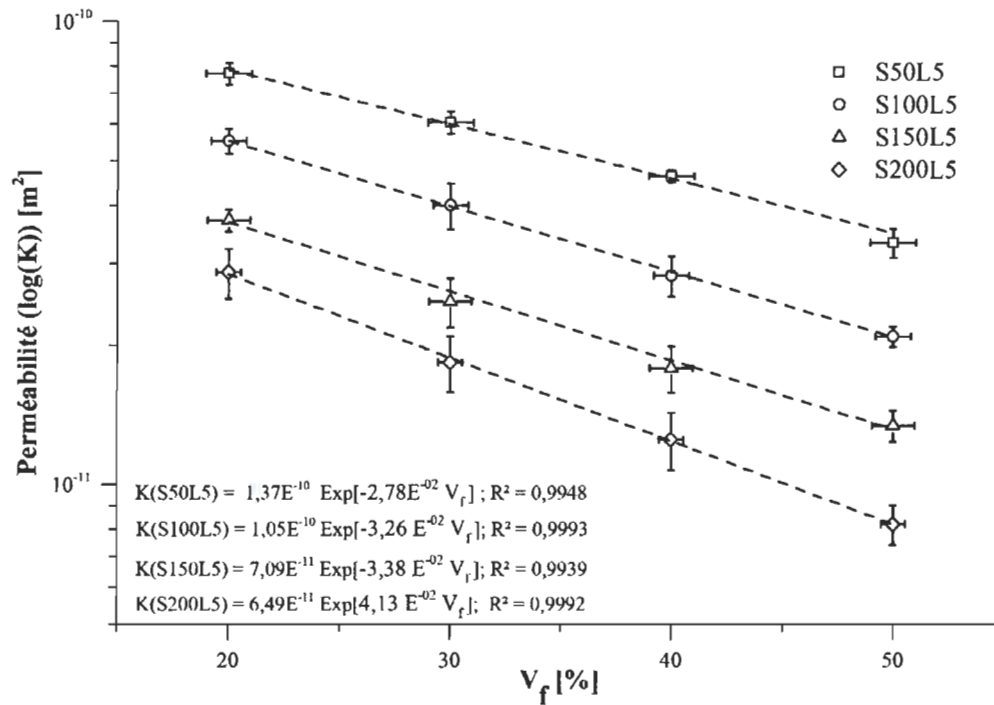


Figure 4.19: Effet de la fraction volumique de fibre sur la perméabilité ($\log(K)$).

Pour toutes les densités surfaciques étudiées, une diminution exponentielle de la perméabilité a été observée lorsque V_f augmente. Une augmentation de V_f réduit la porosité (et la taille des pores) ce qui conduit à une augmentation de la résistance à l'écoulement et par conséquent à une diminution de la perméabilité.

La pression capillaire est inversement proportionnelle à la taille des pores [157]. À l'échelle microscopique, la pression capillaire affecte la vitesse d'un fluide s'écoulant à travers un réseau capillaire et celle-ci elle dépend de la tension de surface du fluide, de sa viscosité, de sa densité, et de la géométrie des pores. Des facteurs tels que la distribution de taille des pores, la forme des pores et l'orientation des canaux d'écoulement affectent également la vitesse d'écoulement capillaire. Par conséquent, la distribution de la taille des pores des mats fabriqués dans cette étude aura une influence sur l'écoulement capillaire et donc sur l'imprégnation du réseau fibreux et la perméabilité insaturée du mat.

À V_f constant, les résultats montrent que la perméabilité d'un mat de 50 g/m² est plus élevée que celle d'un mat de 100 g/m². Ceci est cohérent avec les résultats précédents, où une grande différence de distribution de la taille des pores fut obtenue avec un taux de macro-pores supérieur dans le cas d'un mat de 50 g/m² comparé à un mat de 100 g/m². De façon générale, les forces visqueuses sont dominantes pour les mats de faible densité surfacique, comparé aux mats de densité élevée où les forces capillaires dominent.

Les mats à fibres naturelles sont caractérisés par une déformation permanente supérieure à celle des mats en fibres de verre après compaction du renfort. Ceci est dû à la fermeture des lumens des fibres naturelles, qui augmente avec V_f [81, 158, 159]. Pour des mats de densités surfaciques différentes, chacun va se comprimer différemment lors de la compaction. Ceci provoque un changement de la distribution des pores du mat et donc de la perméabilité aux fluides. Ceci est signalé par les pentes des différentes régressions de la Figure 4.19 qui ne sont les mêmes pour les densités surfaciques étudiées, indiquant que la perméabilité n'est pas seulement fonction de V_f , mais aussi de la structure du mat, elle-même influencée par le procédé de fabrication. Par exemple, compacter un mat de 50 g/m² et un autre de 200 g/m², tous les deux jusqu'à $V_f = 50\%$, se traduira par des structures fibreuses différentes en raison d'un nombre de contacts fibre-à-fibre différent.

Un modèle mathématique a été développé afin de relier la perméabilité à la densité surfacique D_s , la fraction volumique V_f et la longueur des fibres L_f :

$$K = (4.5E^{-10} + 3.71E^{-11}L_f) \text{Exp}[(-8.88E^{-5}D_s) - 0.023](56 + V_f) \quad (4.3)$$

Afin de vérifier l'efficacité du modèle développé, les courbes de l'Équation 4.3 sont présentées à la Figure 4.20 et comparées avec les données expérimentales de la Figure 4.19. On constate un bon accord entre les deux.

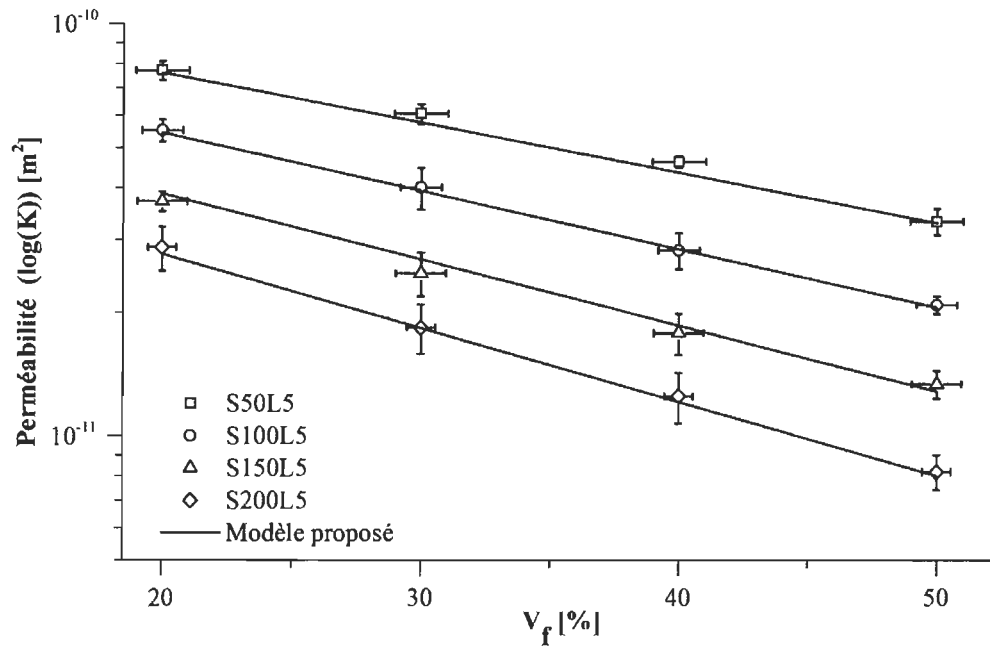


Figure 4.20: prédiction de la perméabilité dans le plan pour des mats à fibres de 5 mm.

La longueur des fibres est l'un des paramètres clés décrivant l'architecture fibreuse des mats de la présente étude. Elle affecte la structure du réseau fibreux de telle sorte qu'une augmentation de la longueur diminue le nombre de fibres par unité de surface et augmente ainsi sensiblement la taille des pores comme le montrent les Figures 4.12 et 4.13. La Figure 4.21 présente la perméabilité mesurée à $V_f = 40\%$ en fonction de la densité surfacique des mats à fibres de 5 et 10 mm.

On remarque que les fibres plus longues conduisent à une augmentation importante de la perméabilité. Cela signifie qu'une imprégnation plus rapide est possible, pour un même V_f , en utilisant des mats à fibres longues et D_s faible pour les procédés de moulage par injection sur renfort (RTM, RI...). La Figure 4.21 présente également le modèle mathématique de l'équation 4.3 (lignes continues) en accord avec les données expérimentales pour les deux longueurs des fibres. On observe également qu'à V_f constant, des mats fabriqués avec des fibres plus longues entraîneront une imprégnation plus rapide tandis qu'une augmentation de la densité surfacique aura l'effet inverse.

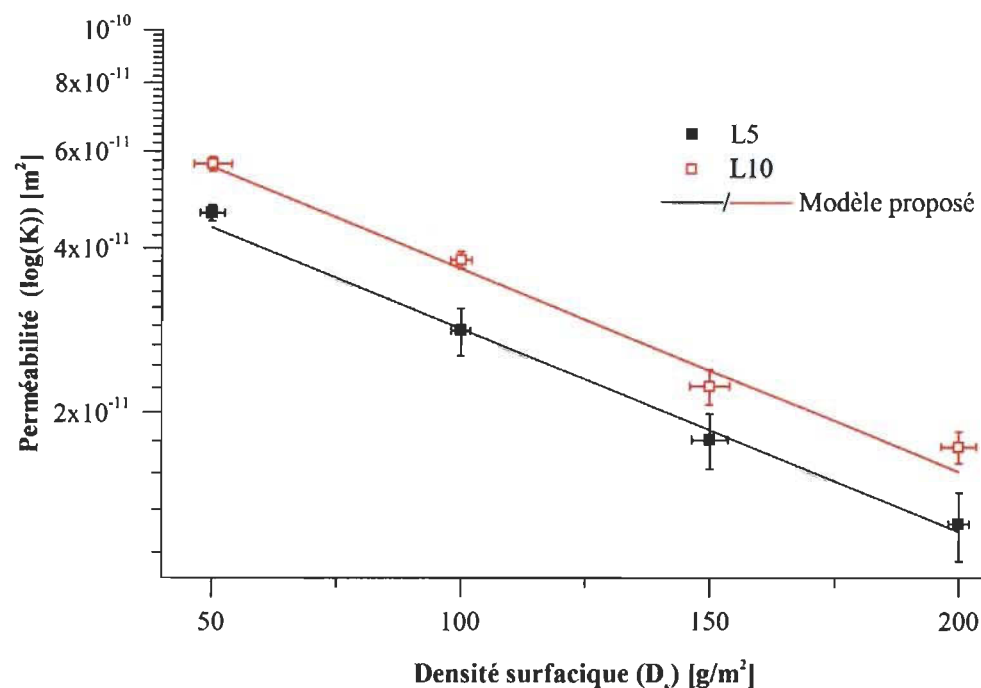


Figure 4.21: Effet de la longueur des fibres sur la perméabilité du mat à $V_f = 40\%$.

4.3.3 Étude des écoulements capillaires dans les renforts

Tel que mentionné dans la section précédente, des facteurs tels que la distribution de taille des pores, la forme des pores et l'orientation des canaux d'écoulement affectent également la vitesse d'écoulement capillaire dans des mats à fibres courtes de lin.

Dans cette section, des essais d'imbibition sur quatre plis de chaque type de mat, à différentes densité surfacique (Tableau 4.1) et à $V_f = 40\%$ ont été réalisés. Un suivi de l'évolution de la masse et de la hauteur du front d'écoulement de l'hexadécane (Figure 4.22) à l'aide du montage de montée capillaire est obtenu. Les Figures 4.23 et 4.24 montrent l'évolution de la masse absorbée et de la hauteur de l'hexadécane pour un temps d'imbibition des 500 s. Les barres d'erreur affichées ont été calculées à partir des écarts types de la masse et du front d'écoulement à chaque pas de temps pour trois échantillons de chaque mat testé.

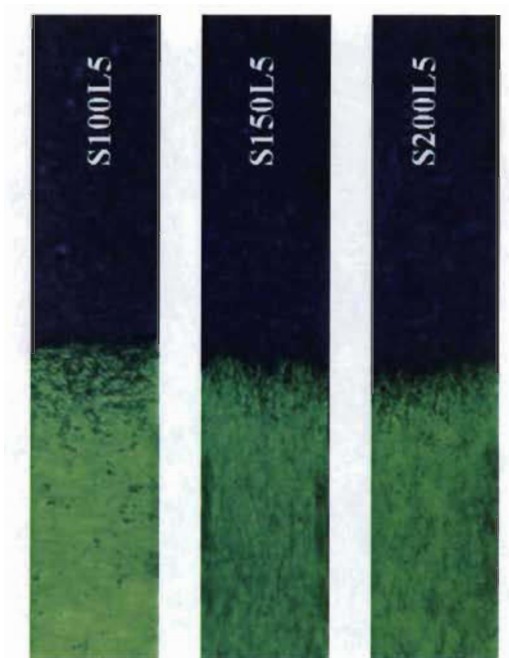


Figure 4.22 : Position du front de l'hexadécane à $t=100$ s.

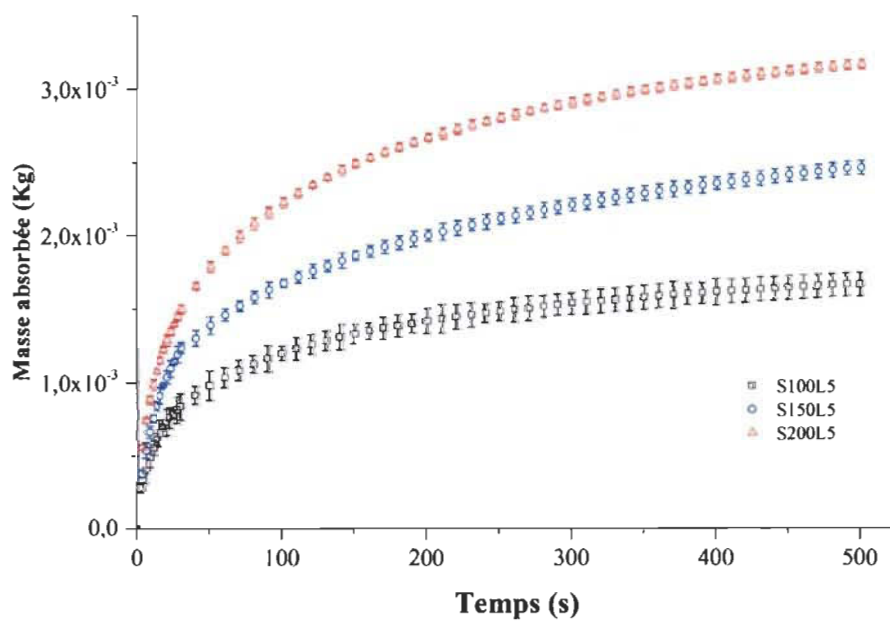


Figure 4.23 : Évolution de la masse de l'hexadécane dans les renforts étudiés.

Les résultats montrent qu'une augmentation de la densité surfacique du mat augmente la masse absorbée mais diminue la hauteur capillaire. L'augmentation de la densité surfacique engendre une diminution de la taille des pores à l'intérieur du mat. Une forte variation de la distribution de taille des pores avec un taux de macro-pores supérieur est obtenue dans le cas d'un mat à 100 g/m^2 , comparé à un mat de 150 et 200 g/m^2 . Dans ce contexte, augmenter la densité surfacique augmente l'effet des forces capillaires au détriment des forces visqueuses, ce qui influence significativement la vitesse d'écoulement du fluide dans le mat.

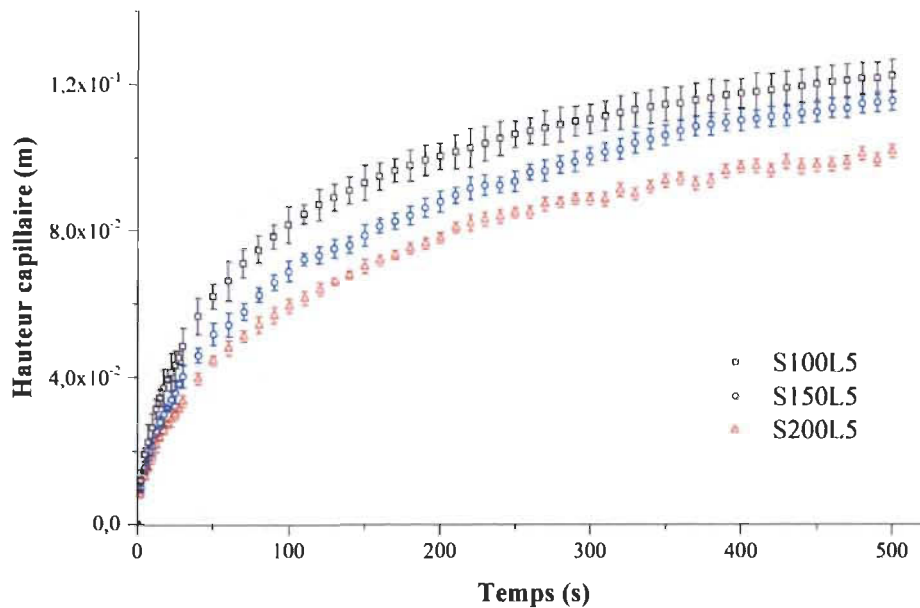


Figure 4.24 : Évolution de la hauteur de l'hexadécane dans les renforts étudiés.

Les valeurs des paramètres d'imbibition initiale B_m et B_h (Équations 2.27 et 2.31) pour les mats sont données par les pentes de Lucas-Washburn (LW) de l'évolution du carré de la masse absorbée et du carré de la hauteur capillaire de chaque mat. Les Figures 4.25 et 4.26 montrent l'évolution du carré de la masse absorbée et du carré de la hauteur au cours de l'essai de même que les pentes initiales de Lucas-Washburn (LW). Les pentes calculées pour un temps fixes de 50s sont aussi montrées au Tableau 4.3.

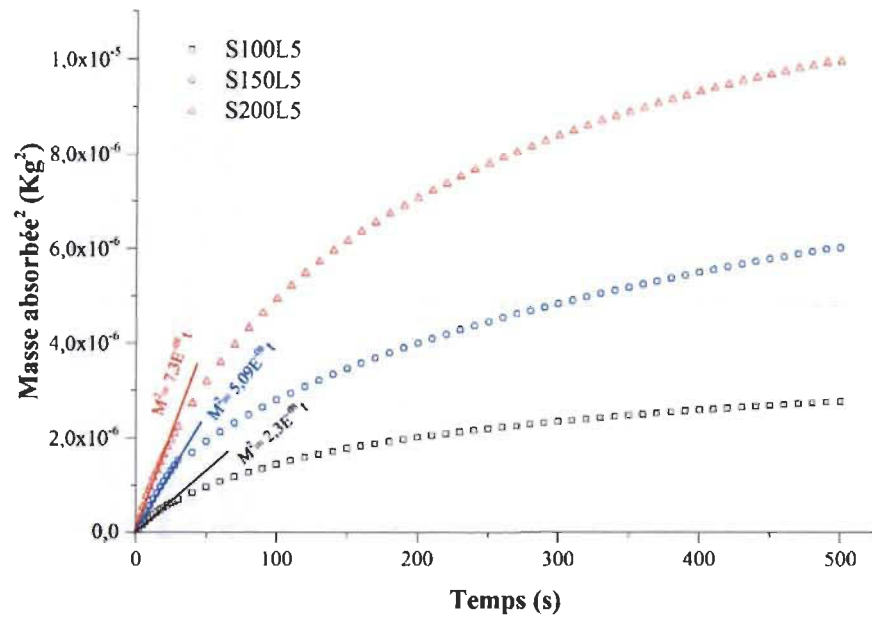


Figure 4.25 : Évolution de la prise de masse et régression linéaire du modèle LW.

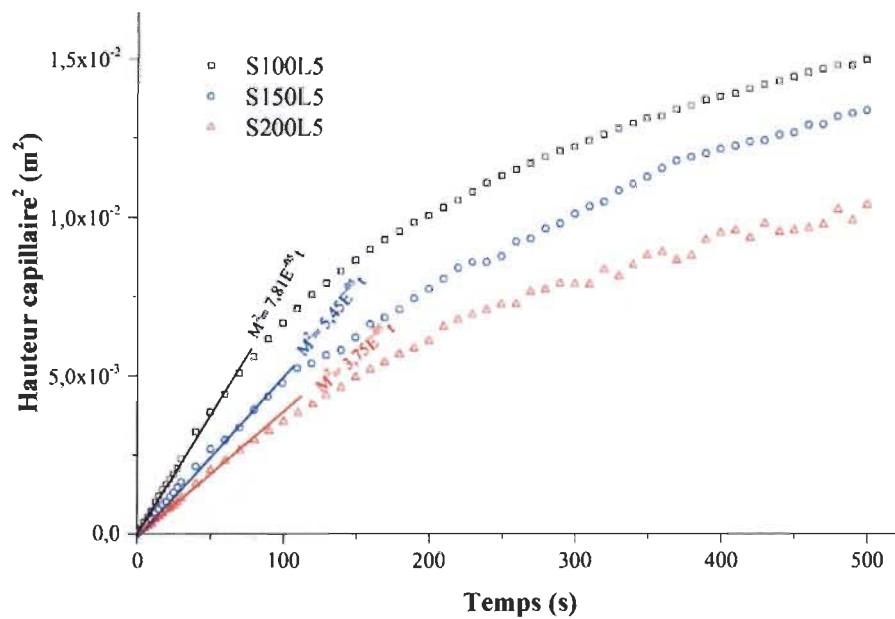


Figure 4.26 : Évolution de la hauteur capillaire et régression linéaire du modèle LW.

Tableau 4.3 : Résultats des essais d'imbibition avec l'hexadécane.

Mats	Pente initiale LW	Pente initiale LW
	B_m de la masse $\times 10^{-8} \text{ kg}^2/\text{s}$	B_h de la hauteur $\times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$
S100L5	2,3	7,81
S150L5	5,09	5,45
S200L5	7,3	3,75

Tel que le montre les Figures 4.25 et 4.26 pour les trois types de mats, l'évolution n'est linéaire que pour des temps très courts (inférieurs à 40 s). Ce phénomène peut s'expliquer par un transfert important de la masse de liquide absorbé par l'imbibition initiale des renforts.

Les pentes LW de la masse absorbée par imbibition du mat à 100 g/m^2 étaient de $2.3 \times 10^{-8} \text{ kg}^2/\text{s}$ et de $7.3 \times 10^{-8} \text{ kg}^2/\text{s}$ pour le mat à 200 g/m^2 . Les pentes LW de la hauteur capillaire d'un mat à 100 g/m^2 étaient de $7.8 \times 10^{-5} \text{ kg}^2/\text{s}$ et de $3.7 \times 10^{-5} \text{ kg}^2/\text{s}$ pour un mat à 200 g/m^2 . Cette différence significative de l'imbibition initiale des renforts peut être causée par la différence dans la distribution des tailles de pores. Ce résultat corrobore celui obtenu pour la mesure de perméabilité où une influence significative de la densité surfacique du mat sur la perméabilité fut obtenue à cause d'une différence dans la distribution des tailles de pores.

Avec l'évolution obtenue de la masse et de la hauteur d'écoulement capillaire du fluide d'imbibition, l'évolution de la saturation des renforts peut être estimée par l'équation (2.28). L'évolution de la saturation des mats en fonction de la hauteur d'imbibition est montrée à la Figure 4.27. On observe que la saturation des renforts converge à une valeur située entre 42% et 48%, valeur d'autant plus élevée que la densité surfacique du mat augmente. En outre, le taux de vide formé au cours de l'imbibition peut être estimée avec la saturation comme suit:

$$\%V_{vide}(t) = (1 - V_f) \times (1 - S(t)) \quad (4.4)$$

L'évolution du taux de vide en fonction du nombre capillaire Ca est montrée à la Figure 4.28.

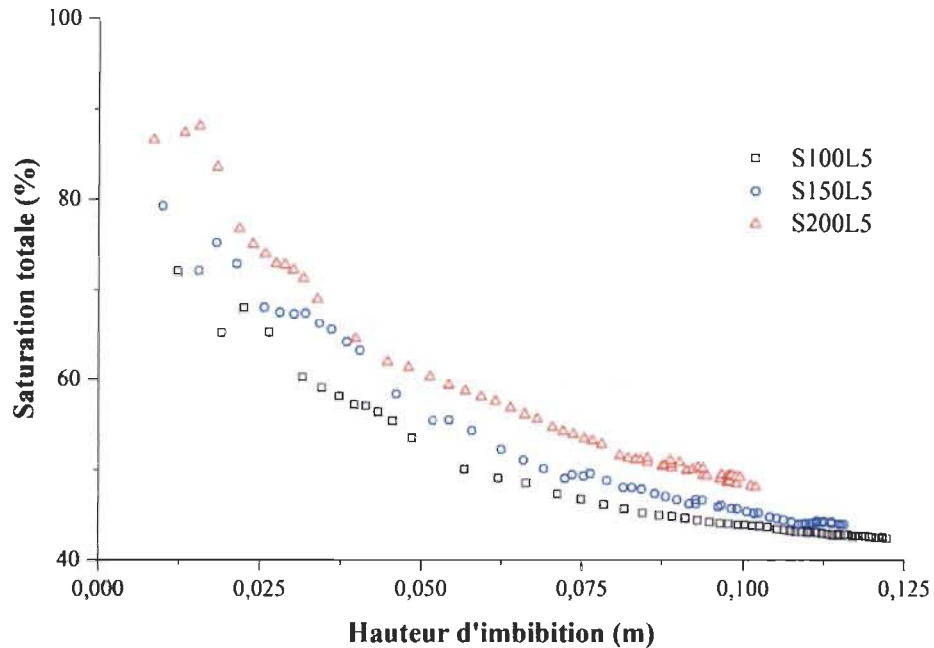


Figure 4.27 : Évolution de la saturation totale en fonction de la hauteur d'imbibition.

On y observe que le taux de vide total dans les mats testés converge vers une valeur entre 32% et 35% lorsque le front capillaire ralentit. Les tendances observées montrent que la densité surfacique du mat a un effet significatif sur le taux de vide formé dans le mat. Une augmentation de la densité surfacique tend à diminuer le taux de vide formé. Par conséquent, la distribution des tailles de pores a un effet sur la formation du vide, de sorte que les mats ayant un taux élevé de macro-pores (mats à faible D_s) tendent à former un taux de vide plus élevé.

Pour chaque type de mat existe une vitesse optimale (v_{opt}) d'imprégnation du renfort pour laquelle le taux de vide est minimum. Celle-ci peut être calculée par l'équation (2.31) en utilisant les données du Tableau 4.3 pour la pente initiale B_h et la hauteur capillaire l_{cap} . Les vitesses calculées sont montrées au Tableau 4.4 ci-dessous.

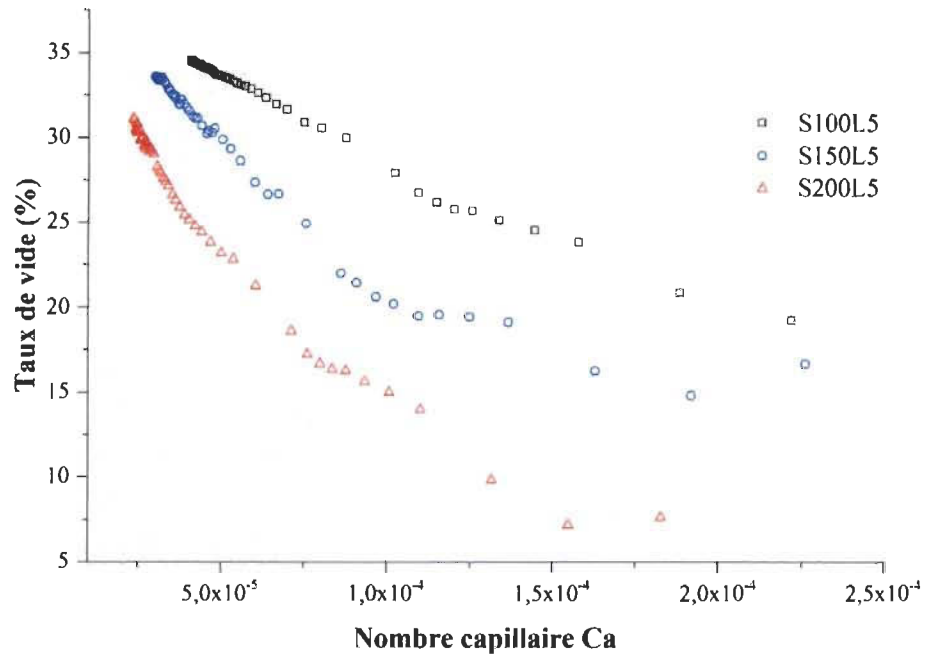


Figure 4.28 : Évolution du taux de vide en fonction du nombre capillaire.

Tableau 4.4 : Vitesse optimale calculées.

	S100L5	S150L5	S200L5
Longueur capillaire l_{cap} (m)	0.12		
Pente initiale LW B_b de la hauteur $\times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$	7.81	5.45	3.75
Vitesse de front optimale $v_{opt} \times 10^{-3} \text{ m/s}$	0.65	0.45	0.31

Les vitesses calculées montrent que la vitesse optimale minimisant le vide est inversement proportionnelle à la densité surfacique du mat. Celle-ci peut être modélisée par l'équation suivante :

$$v_{opt}(ms^{-1}) = 1.35 \times Exp^{-0,007Ds} \quad (4.5)$$

4.3.4 Propriétés physiques et mécaniques

4.3.4.1 Propriétés physiques des composites fabriqués

La fraction massique de fibres (W_f) des composites a été calculée en se basant sur la masse initiale du renfort et la masse finale de la plaque moulée. La densité des composites et les fractions volumiques de vide (V_v) ont été mesurées suivant les normes ASTM D2734 et ASTM D792. Les données sont présentées dans le Tableau 4.5. Les désignations se réfèrent à la fraction volumique de fibres (par exemple M20 correspond à $V_f = 20\%$). Tous les composites du tableau sont faits de mats à fibres de 5 mm.

Tableau 4.5: Propriétés physiques des composites fabriqués (moyenne \pm Écart type).

Désignation du composite	Fraction massique des fibres w_f [%]	Densité du composites ρ_c [g/cm ³]	Fraction volumique de fibres v_f [%]	Fraction volumique de vide v_{vide} [%]
M10	13.36	1.19 \pm 0.009	10.33 \pm 0.20	1.14 \pm 0.17
M20	24.74	1.20 \pm 0.008	20.50 \pm 0.13	1.05 \pm 0.64
M30	36.13	1.23 \pm 0.005	30.74 \pm 0.13	0.93 \pm 0.42
M40	47.52	1.27 \pm 0.004	41.58 \pm 0.14	0.62 \pm 0.33
M50	58.39	1.27 \pm 0.006	50.72 \pm 0.19	1.65 \pm 0.70

On remarque du Tableau 4.5 que la densité augmente avec V_f . Ceci est simplement attribué au fait que la densité des fibres est supérieure à celle de l'époxy (1.45 g/cm³ comparativement à 1.15 g/cm³). Le taux de vide dans les plaques fabriquées varie entre 0.62 et 1.65%. Il ne semble pas y avoir de corrélation entre la fraction volumique de fibre et le taux de vide dans le composite.

La présence de vides dans les plaques peut être expliquée par la Figure 4.29. La première figure (Figure 4.29 (a)) fut prise au microscope optique sur une éprouvette à $V_f = 40\%$. La deuxième (Figure 4.29 (b)) fut prise au microscope à balayage électronique (MEB) sur une facette de rupture d'une éprouvette ayant la même fraction volumique de fibres. On remarque que la plupart des vides proviennent des cavités lumineuses (situées au centre des fibres), caractéristiques de la fibre de lin. La figure indique une imprégnation liminale limitée des fibres par la résine. Ce problème est généralement attribué à la pression capillaire élevée à l'intérieur de la cavité lumineuse de très faible diamètre, ce qui limite le passage de la résine.

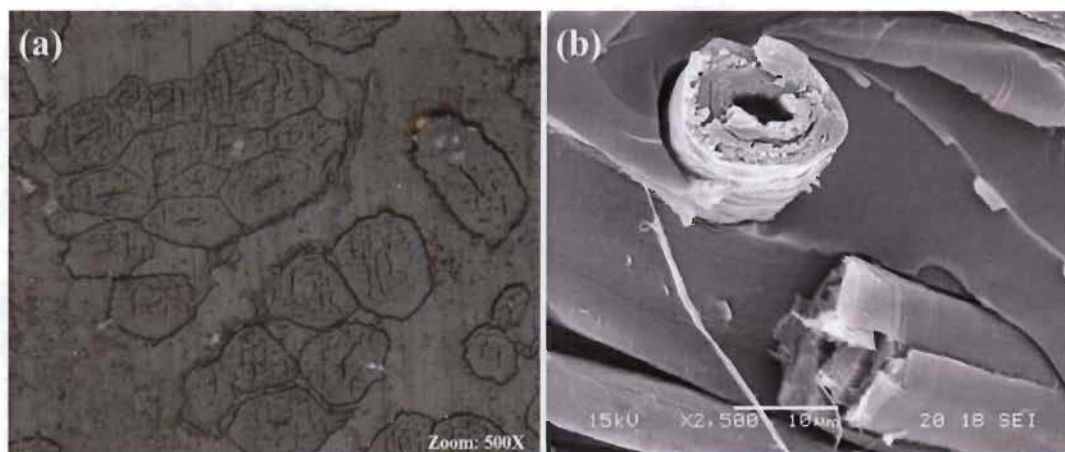


Figure 4.29: Images d'un composite M40 : (a) micrographie de la section transversale d'une éprouvette et (b) image MEB de la surface de rupture.

4.3.4.2 Propriétés mécaniques des composites fabriqués

Les propriétés mécaniques en traction des composites étudiés sont présentées dans le Tableau 4.6. Les résultats montrent que le module d'Young (E_{σ}) augmente avec V_f , atteignant une valeur maximale à $V_f = 40\%$ suivi d'une légère baisse à $V_f = 50\%$. À $V_f = 40\%$, le module de Young est presque trois fois supérieur à celui mesuré sur la résine non-renforcée (3.5 GPa tel qu'obtenu de la fiche technique du fournisseur).

L'évolution de la contrainte maximale en traction (σ_{tr}) est semblable à celle du module d'Young. Une valeur maximale est obtenue à 40% de fibres suivie d'une légère baisse. La contrainte maximale est presque une fois et demie plus élevée que celle de la résine époxy non-renforcée. L'augmentation du module et de la contrainte ultime est attribuée à la présence des fibres qui supportent les contraintes transmises par la matrice [160, 161].

Tableau 4.6: Propriétés mécaniques en traction (moyenne \pm Écart type).

	E_{tr}	σ_{tr}	ϵ_{tr}
	[GPa]	[MPa]	[%]
Époxy	3.5 \pm 0.30	68.9 \pm 4.69	2.22 \pm 0.19
M10	5.58 \pm 0.26	78.94 \pm 4.99	1.36 \pm 0.21
M20	7.68 \pm 0.26	90.40 \pm 3.09	1.49 \pm 0.14
M30	9.86 \pm 0.29	98.29 \pm 3.05	1.78 \pm 0.10
M40	10.95 \pm 0.38	107.62 \pm 2.89	1.84 \pm 0.07
M50	9,64 \pm 0.65	99.95 \pm 3.77	1.63 \pm 0.19

Les propriétés mécaniques en flexion des composites étudiés sont présentées dans le tableau 4.7. De manière générale, le comportement en flexion est très semblable à celui en traction. Le module et la contrainte augmentent avec la fraction volumique de fibres pour atteindre une valeur maximale, toujours à $V_f = 40\%$.

La diminution du module et de la contrainte au-delà de $V_f = 40\%$ peut être attribuée à la mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice. Ceci favorise la formation de microfissures à l'interface ainsi qu'un transfert non uniforme des contraintes. Elle peut être également provoquée par l'interaction entre les fibres (contact fibre-fibre) qui influence négativement la résistance lorsque V_f devient très élevée puisque ces interactions diminuent la surface disponible pour le transfert des contraintes entre la matrice et les fibres. La baisse des propriétés peut être aussi causée par la présence d'un plus grand

nombre d'extrémités de fibres dans le composite, favorisant l'initiation des fissures et une défaillance de transfert des contraintes fibre-matrice dans le composite.

Tableau 4.7: Propriétés mécaniques en flexion (moyenne \pm Écart type).

	E_f [GPa]	σ_f [MPa]	ϵ_f [%]
Époxy	1.53 ± 0.37	60.792 ± 3.65	3.56 ± 0.28
M10	4.68 ± 0.35	63.34 ± 5.12	3.16 ± 0.24
M20	6.37 ± 0.26	78.55 ± 3.06	2.87 ± 0.21
M30	7.54 ± 0.45	93.61 ± 4.05	2.19 ± 0.16
M40	8.19 ± 0.10	115.39 ± 1.12	1.87 ± 0.18
M50	7.39 ± 0.39	97.51 ± 3.94	1.82 ± 0.20

Des observations similaires ont été faites par Mohanty et al. [161] pour des composites jute / HDPE avec une diminution prononcée de la résistance mécanique lorsque V_f passe de 30% à 45%. La diminution des propriétés fut justifiée par une mauvaise adhérence entre les fibres et la matrice provoquant la formation de microfissures à l'interface. Mohanty et al. [162] ont aussi étudié les propriétés mécaniques d'un composite jute/polyester pour constater que l'amorçage de fissures, à $V_f = 53\%$, se produit principalement aux extrémités des fibres. Rana et al. [163] ont observé une diminution de 177% de la résistance aux chocs pour un composite jute / PP lorsque V_f augmente de 30 à 60%. Enfin, la valeur critique de la fraction volumique des fibres, correspondant aux propriétés mécaniques optimales, dépend de la nature des fibres et de la matrice, du rapport d'aspect (l/d), et de l'adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice [164].

4.3.4.3 Modélisation micromécanique du comportement en traction

Les propriétés élastiques d'un composite thermodurcissable renforcé à fibres courtes peuvent être déterminées expérimentalement ou estimées à l'aide de modèles micromécaniques. Ces derniers permettent de réduire le nombre d'essais, le coût, et le

temps nécessaire pour déterminer la meilleure combinaison des éléments constitutifs d'un composite. Dans cette partie du travail, le modèle de Cox-Krenchel (Eq 2.35), utilisé pour la prédiction du module d'Young, et la loi de mélange modifiée par Kelly-Tyson (Eq 2.28), utilisée pour prédire la contrainte des composites à fibres courtes, seront utilisés pour modéliser l'évolution des propriétés en traction en fonction de la fraction volumique de fibres. Les propriétés utilisées pour la modélisation sont les suivantes : $E_f = 72$ GPa, $\sigma_f = 550$ MPa, $d_f = 24$ μ m, $E_m = 3.5$ GPa, $\sigma_m = 68.9$ MPa et $G_m = 1.25$ GPa. E_f , σ_f et d_f sont respectivement le module, la contrainte et le diamètre de la fibre courte de lin et E_m , σ_m et G_m le module, la contrainte et le module de cisaillement de la matrice. Le module d'élasticité et la contrainte, calculés en fonction de la fraction volumique de fibre courte de lin aléatoirement orientée dans le plan, sont montrés à la Figure 4.30. Les prédictions théoriques à $V_f = 50\%$ étant peu fiables, la comparaison des valeurs prédites et mesurées ne sera faite que sur la plage de fractions volumiques comprise entre 0 et 40%.

Il est clair d'après la Figure 4.30 que pour V_f de moins de 30%, la comparaison entre le module expérimental et celui modélisé par l'approche de Cox-Krenchel donne des résultats similaires. Le modèle de Cox-Krenchel donne des valeurs prédites supérieures à celles obtenues expérimentalement pour des $V_f \leq 30\%$. D'autre part, le modèle de Kelly-Tyson prédit très bien la contrainte des composites, qui peut être considérée cohérente pour toutes les fractions volumiques si on tient compte de la valeur de l'écart type obtenu pour la contrainte mesurée.

Van et al [165] ont montré que l'utilisation d'une longueur moyenne des fibres plutôt qu'une distribution de longueurs (courbe normale) se traduira par des prédictions légèrement plus élevées. Dans cette étude, les prédictions montrent que l'utilisation d'une longueur moyenne de fibres donne un résultat comparable. Le module prédit varie linéairement tandis que le module expérimental devient non linéaire à partir de $V_f = 30\%$, ce qui donne une valeur prédite surestimée. Par contre, considérer une longueur moyenne affecte de façon négligeable la contrainte prédite.

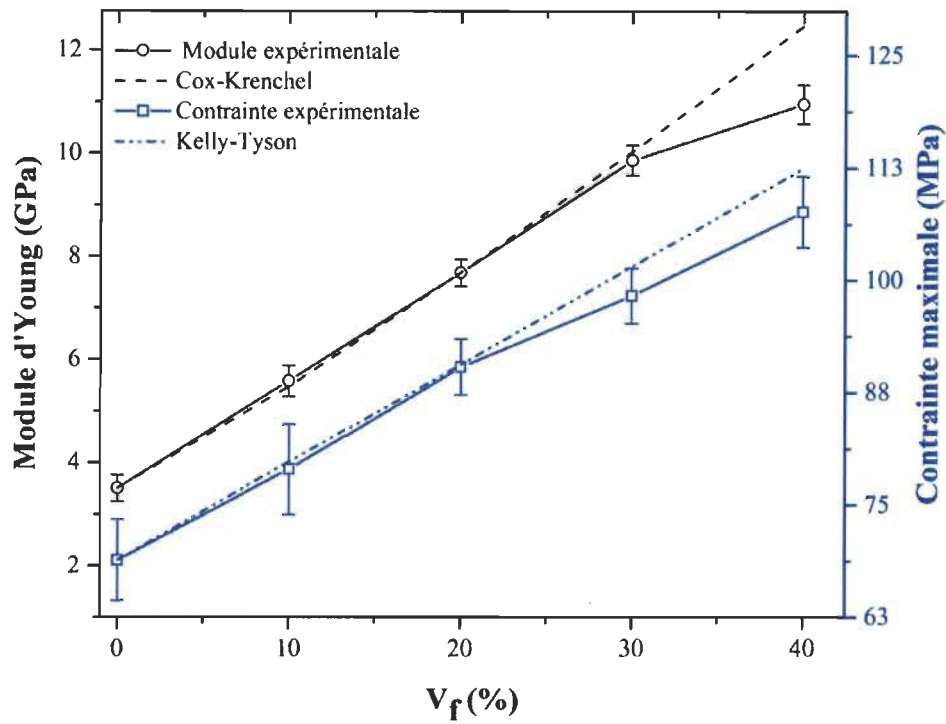


Figure 4.30 : Comparaison des propriétés expérimentales et prédites.

Les prédictions surestimées pour une fraction volumique élevée peuvent être attribuées à des phénomènes autres qu'une distribution de longueurs des fibres. En fait, une hypothèse fondamentale des modèles micromécaniques est que toutes les fibres possèdent une même géométrie, des propriétés identiques, une répartition homogène et uniforme dans la matrice, une interface fibre / matrice idéale et aucun effet de porosité sur les propriétés des composites [48, 166]. Ceci n'est certainement pas le cas pour le composite lin-époxy étudié ici, ce qui explique sans doute la différence entre les propriétés expérimentales et prédites. Par exemple, sur la Figure 4.29(a), il est clair que les fibres sont de forme irrégulière. Le lumen des fibres représente une porosité supplémentaire dans le composite qui n'est pas prise en considération par les modèles micromécaniques.

Dans la présente étude, les propriétés finales demeurent linéaires pour V_f en deçà de 30% pour le module et 20% pour la contrainte. Au-delà de ces valeurs, l'augmentation des

propriétés devient plus limitée. Par conséquent, une augmentation supplémentaire de V_f augmente la dépendance des propriétés finales du composite aux caractéristiques des fibres.

4.3.5 Analyse de l'endommagement des composites par émission acoustique

4.3.5.1 Analyse générale de l'endommagement des composites étudiés

Dans cette partie de l'étude, le suivi de l'endommagement en temps réel a été effectué en se basant sur l'énergie acoustique accumulée durant l'essai. Cette approche fut adoptée pour caractériser les mécanismes d'endommagement dans les différents échantillons testés. Ensuite, la courbe contrainte-déformation associé à chaque type de composite a été superposée à la courbe d'énergie cumulée pour faire le lien entre les propriétés mécaniques obtenues et l'évolution de l'endommagement à l'intérieur du matériau.

4.3.5.1.a) En Traction

La superposition des deux types de courbes est présentée en premier lieu pour les tests de traction à la Figure 4.31 pour les composites M20, M30, M40 et M50. L'examen de la courbe d'énergie cumulée pour tous les essais montre des plages distinctes associées au chevauchement de mécanismes d'endommagement différents qui évoluent dans le temps. Au début du chargement, dans la zone linéaire jusqu'à une déformation de 0.2%, une faible énergie cumulée est observé.

Une augmentation de l'énergie cumulée est ensuite observée à partir de 0.2% de déformation (légèrement au-dessus de la limite d'élasticité) pour tous les échantillons. Cette augmentation reflète une intensification de l'activité acoustique se traduisant soit par une augmentation du nombre d'événements associés au(x) mécanisme(s) existant(s), soit par l'apparition de nouveaux types d'événements acoustiques associés à de nouveaux mécanismes d'endommagement.

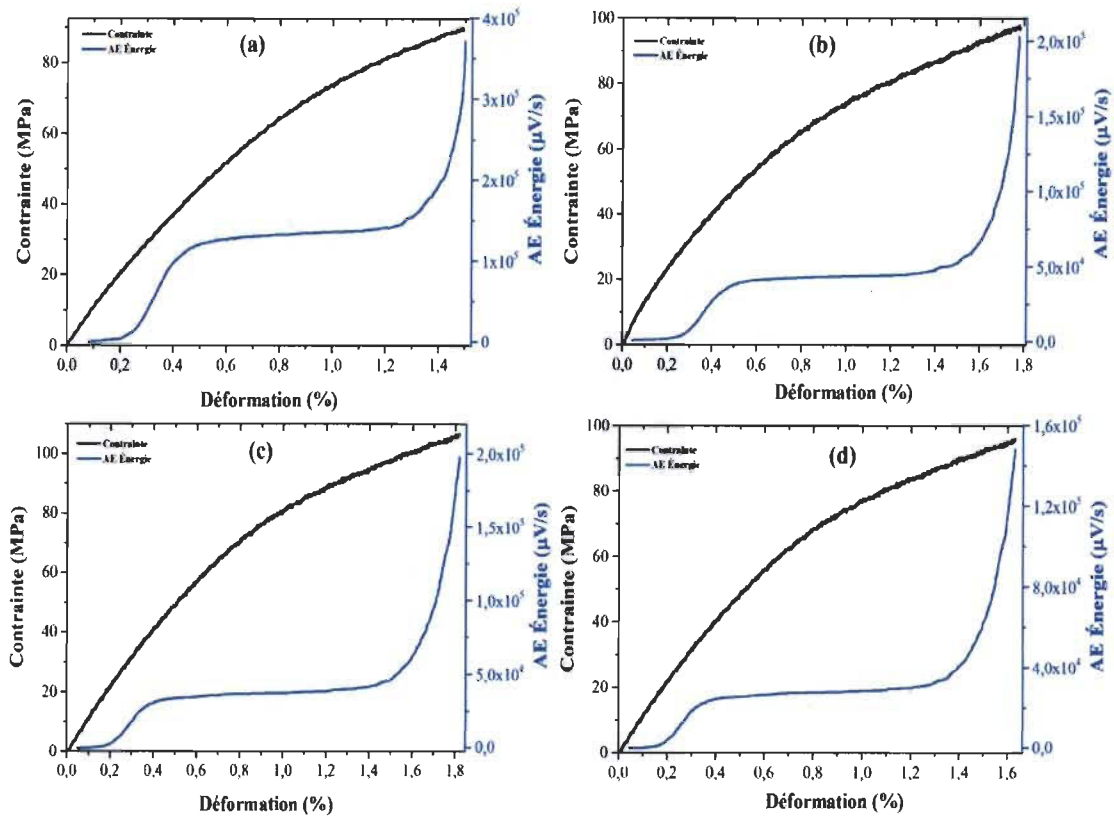


Figure 4.31: Courbes contrainte-déformation et énergies acoustiques cumulées des composites testés en traction; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.

À partir de 0.2% de déformation, l'augmentation de l'énergie cumulée est presque linéaire jusqu'à un second point de transition, située à une valeur de déformation d'environ 0.45% (figures a et b) et 0.35% (figures c et d). Au-delà de ces déformations, une forte baisse de l'énergie cumulée est observée, reflétant une forte diminution de l'activité acoustique et ce pour une large plage de déformation, jusqu'à ce qu'une valeur de déformation correspondant à environ 80% de la déformation à la rupture soit atteinte. Cette dernière valeur peut être considérée comme un troisième point de transition, puisque la courbe d'énergie cumulée prend une tendance exponentielle à partir de ce moment, signalant une nouvelle intensification de l'activité acoustique, possiblement associée à l'apparition de nouveaux mécanismes d'endommagement juste avant la rupture. L'évolution similaire de

l'énergie cumulée pour tous les composites testés signifie que l'endommagement est principalement provoqué par les mêmes mécanismes, mais avec des intensités différentes.

4.3.5.1.b) En Flexion

La même analyse a été effectuée pour les essais de flexion. La Figure 4.32 présente les résultats. Les courbes d'évolution de l'énergie montrent clairement qu'aucun événement d'amplitude supérieure au seuil ne se produit qu'avant un certain niveau de déformation.

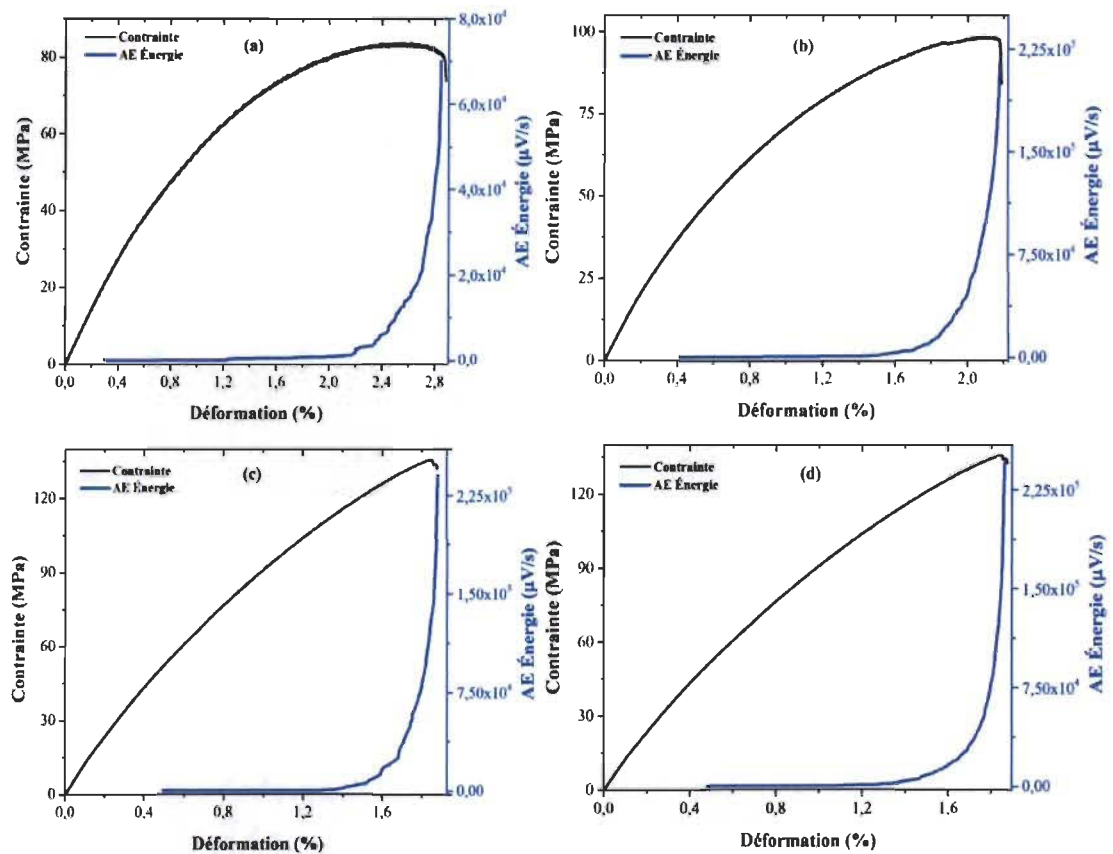


Figure 4.32: Courbes contrainte-déformation et énergie acoustique cumulative des composites testés en flexion; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.

Les premiers événements acoustiques sont observés à un niveau de déformation variable mais proche pour tous les essais, soit entre 0.3% et 0.5%. Comparés aux essais de traction,

les événements acoustiques apparaissent à des déformations plus élevés et pour un cumulatif d'énergie nettement plus faible, reflétant une faible activité acoustique. Celle-ci se traduit généralement par une initiation du dommage attribuée à la fissuration matricielle. Cette faible activité acoustique se poursuit sur une plage de déformation importante jusqu'à atteindre une valeur d'environ 1.4%. Ce niveau de déformation définit le troisième point de transition pour les essais de flexion. De nouveau et à partir de ce point, l'activité acoustique s'intensifie et la courbe d'énergie prend une tendance exponentielle. L'origine de cette importante augmentation d'énergie cumulée ne peut être rigoureusement attribuée à l'initiation ou à l'augmentation d'un mode d'endommagement spécifique, mais donne quand même une description générale de l'évolution de l'endommagement à l'intérieur des composites testés.

De façon semblable aux essais de traction, la tendance exponentielle de la courbe d'énergie cumulée est suivie par un aplatissement final (asymptote verticale) à proximité de la déformation ultime. Cette importante augmentation de l'énergie cumulée reflète une forte activité acoustique se traduisant par une évolution très rapide des différents mécanismes d'endommagements à l'intérieur des échantillons. Cela traduit une rupture se concentrant en un point précis (généralement sous le point centrale où la charge est appliquée), ce qui est typique d'un essai de flexion.

4.3.5.2 Identification des modes d'endommagements

L'analyse de l'évolution de la courbe d'énergie cumulée durant le chargement permet une description générale de l'évolution de l'endommagement. Cette description demeure toutefois insuffisante pour identifier formellement les différents modes d'endommagements contribuant à la défaillance finale du matériau. Des informations supplémentaires peuvent être obtenues en effectuant une analyse multivariable basée sur d'autres caractéristiques de la signature acoustique (Amplitude, Durée et Count).

L'utilisation d'une analyse multivariable pour classifier les événements acoustiques a fait l'objet de plusieurs articles [167-169]. Le Tableau 4.8 présente un résumé des divers mécanismes d'endommagement et les plages d'amplitudes mesurées qui leur

correspondent, tel qu'obtenu par divers auteurs. Les différences sont attribuables aux propriétés de la matrice et du renfort, ainsi qu'aux caractéristiques des équipements utilisés.

Tableau 4.8: Distinction des mécanismes d'endommagement.

Modes →	Fissuration matricielle	Friction Fibre/Matrice et déchaussement	Rupture des fibres	Réf
Amplitudes				
	30-45 dB	-	>55 dB	[170]
	35-45 dB	45-60 dB	55-85 dB	[167]
	60-80 dB	-	-	[171]
	50 dB	-	-	[172]
	40-70 dB	-	60-100 dB	[173]
	40-55 dB	>80 dB	-	[174]
	33-45 dB	69-86 dB	87-100 dB	[175]
	42-60 dB	60-70 dB	>70 dB	[176]
	35-48 dB	65-82 dB	82-100 dB	[177]

Les résultats d'analyse multivariable obtenus dans la présente étude sont résumés au Tableau 4.9. Ce tableau permet la classification des événements acoustiques en trois principaux groupes: Fissuration matricielle, Friction fibre/matrice et déchaussement, et finalement Rupture des fibres.

Tableau 4.9: Résumé de l'analyse multivariable.

Modes →	Fissuration matricielle	Friction fibre/matrice et déchaussement	Rupture des fibres
Amplitude (dB)	40-60	60-80	70-90
Durée (μs)	30-300	330-675	400-805
Count	1-55	38-165	54-223

L'application des critères de classification du Tableau 4.9 aux essais de la présente étude donne les courbes de la Figure 4.33. La classification des événements acoustiques en fonction de leur amplitude permet de dégager trois groupes distincts, et la corrélation entre ces groupes et la courbe de traction permet ensuite d'identifier l'apparition et l'évolution des différents modes d'endommagements générés au cours des essais.

Pour un essai de traction, le premier mode d'endommagement observé est la fissuration matricielle, initié à une valeur de déformation autour de 0.1%, telle que déduit à partir de la courbe d'énergie cumulée. À partir de 0.2%, l'endommagement matriciel augmente jusqu'à une déformation de 0.6%. Après cela, l'évolution des événements acoustiques est atténuée, ce qui explique le changement de pente observée dans la courbe de l'énergie cumulée à partir d'une déformation de 0.45% (figures a et b) ou 0.35% (figures c et d) sur la Figure 4.31. L'activité acoustique demeure alors négligeable pour une plage importante de déformation. Ceci s'interprète principalement par une continuité de l'endommagement matriciel. Graduellement et pour une déformation de 1.2 à 1.4% (environ 75% de la déformation ultime), la densité des événements acoustiques s'accroît de nouveau, d'où la tendance exponentielle de l'énergie cumulée. Le deuxième mode d'endommagement introduit par ces événements est de type adhésif (fibre-matrice). Une

partie de ces événements peut également être associée à la friction fibre/matrice ou à un déchaussement des fibres. L'augmentation drastique de l'énergie cumulée à la fin de l'essai, traduite par l'aplatissement final (asymptote verticale), démontre une importante intensification des deux premiers modes d'endommagement et traduit l'apparition d'un troisième et dernier mode correspondant à la rupture des fibres.

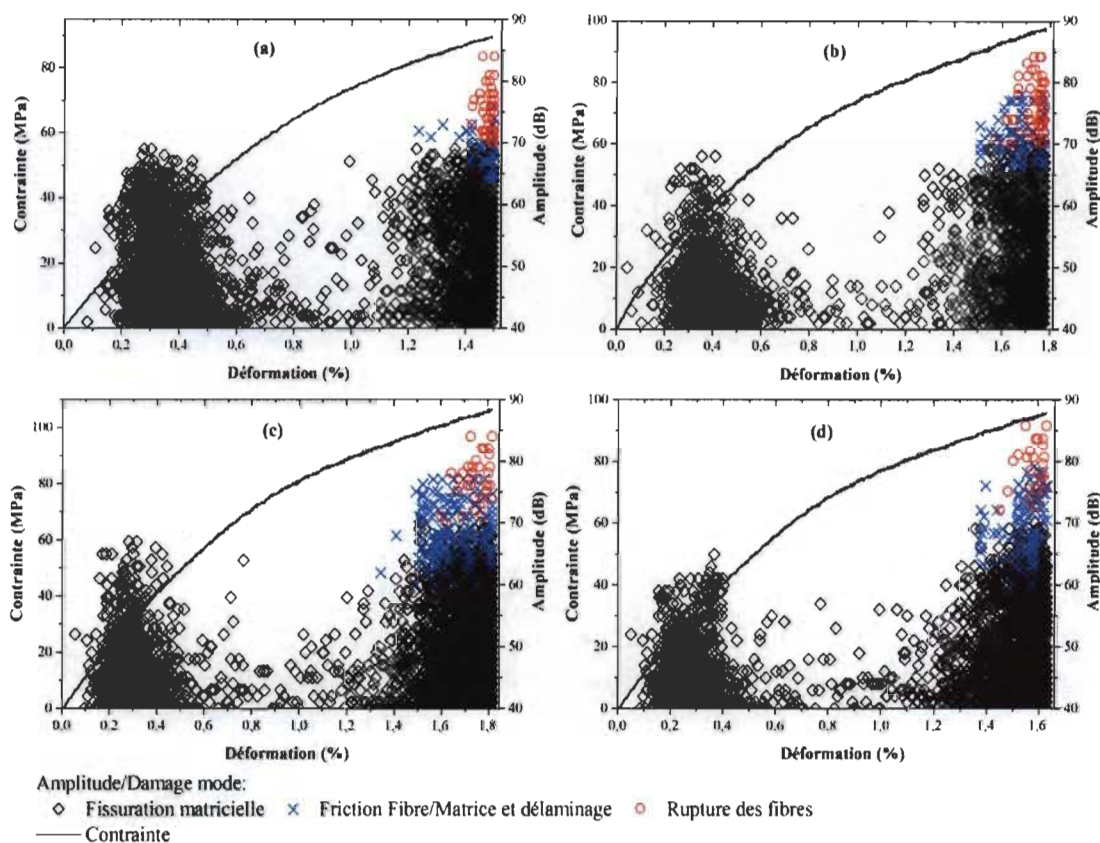


Figure 4.33: Distribution temporelle des modes d'endommagement pour les tests de traction des composites ; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.

Le résultat de la classification des événements pour les tests de flexion est donné par la Figure 4.34. La classification donne une représentation plus détaillée des différents modes d'endommagement comparativement à la courbe d'énergie cumulée de la Figure 4.32. La tendance exponentielle de l'énergie cumulée à partir de 1.2% de déformation est

clairement visible sur la Figure 4.34 par l'intensification de l'endommagement de la matrice, ce qui par la suite favorise l'initiation du deuxième mode d'endommagement et augmente l'énergie libérée. À une valeur de déformation d'environ 75% de la déformation ultime, il y a initiation du deuxième mode d'endommagement associé à la friction fibre-matrice et au déchaussement des fibres.

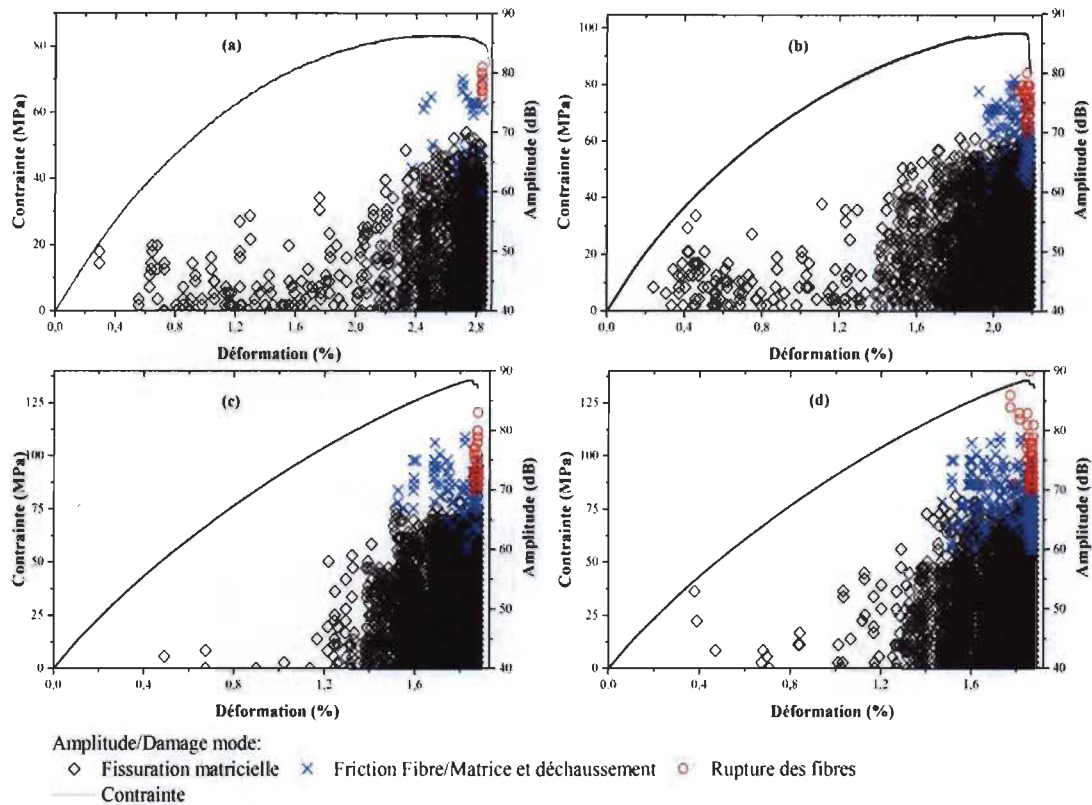


Figure 4.34: Distribution temporelle des modes d'endommagement pour les tests de flexion des composites; (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.

En comparant le changement final de la courbe d'énergie des deux types d'essai (traction et flexion), on constate que l'évolution de la courbe d'énergie à la fin de l'essai, correspondant à l'aplatissement final, se produit d'une manière plus brusque en flexion. Cette évolution brusque est associée à la rupture des fibres qui se présente plus tardivement dans l'essai de flexion.

4.3.5.3 Identification des modes d'endommagement par l'analyse des facettes de rupture

Les images MEB des facettes de rupture, Figure 4.35, sont ici étudiées afin de valider la présence des différents modes d'endommagement identifiés par les événements acoustiques de la section précédente.

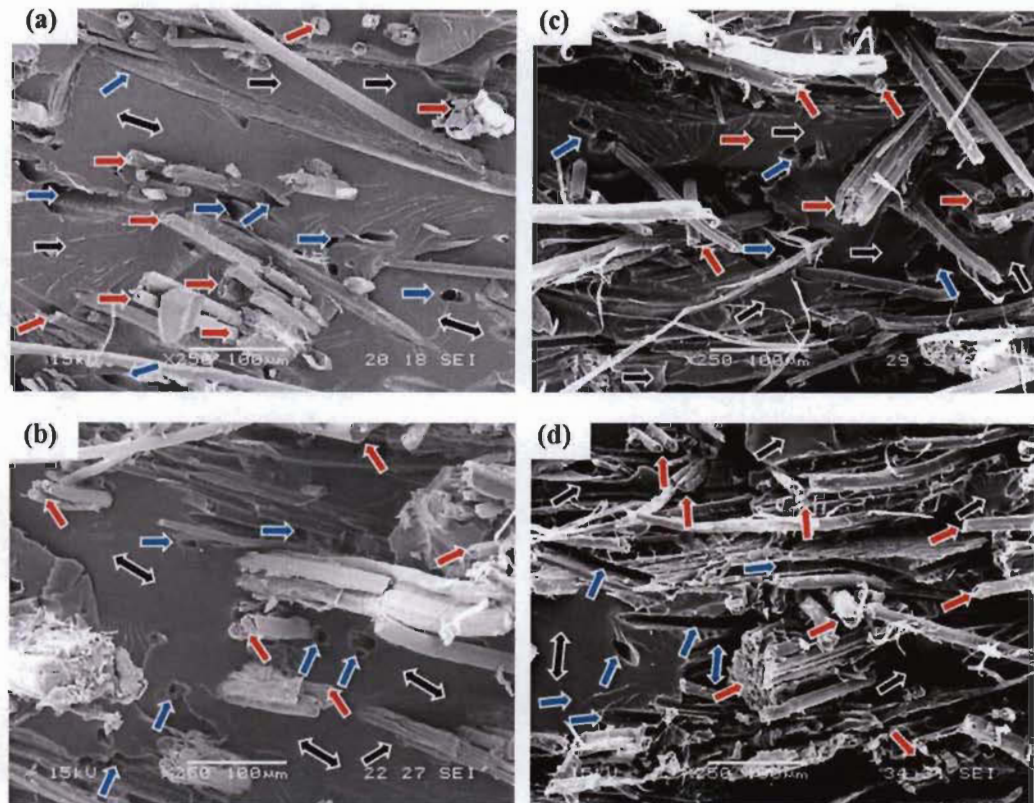


Figure 4.35 : Analyse de la facette de rupture par image MEB (a) M20, (b) M30, (c) M40, (d) M50.

L'analyse des images montre que l'endommagement des composites testés est essentiellement induit par les trois mécanismes mentionnés précédemment soit: Fissuration matricielle, Friction fibre/matrice et déchaussement, et Rupture des fibres. Pour le composite M20 (Figure 4.35 (a)), les micrographies montrent que les trois modes

ont contribué à la défaillance finale (la couleur des flèches réfèrent aux modes d'endommagement indiqués à la légende de la Figure 4.33).

La facette de rupture du composite M30 (Figure 4.35 (b)) est semblable à la précédente et encore une fois, tous les modes peuvent être facilement identifiés.

Les mêmes mécanismes d'endommagement sont identifiés, dans le cas du composite M40 (Figure 4.35 (c)). D'autre part, l'augmentation de V_f a considérablement augmenté le nombre de fibres rompues sur la facette et le déchaussement fibre-matrice est clairement observé. Finalement pour le composite M50 (Figure 4.35 (d)), les même mécanismes sont observés mais avec une nette augmentation de leur nombre.

4.3.5.4 Contribution des différents modes d'endommagement

La classification des événements avec l'analyse multivariable et selon le mode d'endommagement permet une description claire de leur évolution jusqu'à la rupture finale du composite. Cependant, une quantification visuelle des différents événements ne permet pas d'obtenir la contribution réelle de chaque mode en raison de la superposition des événements. Ainsi, la classification par analyse multivariable doit être supportée par une étude quantitative de l'influence de chaque mode. Ceci permet d'obtenir plus de détails sur leur évolution et leur influence et ainsi mieux comprendre l'influence de la fraction volumique de fibres sur les propriétés mécaniques mesurées.

Alencar et al. [167] ont défini la contribution de chaque mode d'endommagement (DC) dans la défaillance globale du composite par le rapport de l'énergie accumulée propre à un mode donné (E_i) sur l'énergie cumulée totale du l'essai (somme des E_i):

$$DC_i = \frac{E_i}{E_T} = \frac{E_i}{\sum_1^{n\ mode} E_i} \quad (3.25)$$

Les Figures 4.36 et 4.37 présentent les diagrammes de contributions (DC, en %) de chaque mode d'endommagement obtenus des résultats de l'essai de traction (Figure 4.33) et de flexion (Figure 4.34)). Pour chaque mode d'endommagement le coefficient DC et l'écart-type sont calculés à partir de valeurs obtenues pour trois échantillons.

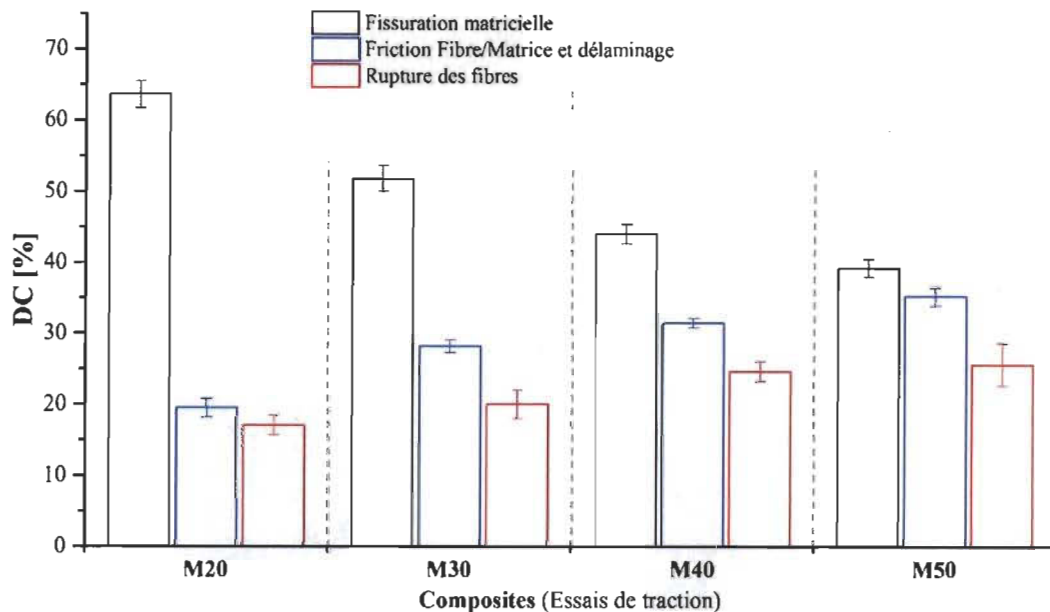


Figure 4.36: Contribution des modes d'endommagement (DC) en traction.

Pour les essais de traction, la contribution de chaque mode de dommage semble être influencée par la fraction volumique de fibres des composites. Pour un V_f de 20 % (M20), le mode d'endommagement le plus important est la fissuration matricielle. Cette dernière diminue progressivement (d'un DC = 63% à un DC = 40%) avec une augmentation de V_f à 50%. La deuxième plus importante contribution est associée au deuxième mode d'endommagement, allant d'un DC de 21 % à $V_f = 20\%$ pour atteindre un DC de 35% à $V_f = 50\%$. La diminution de la contribution de la fissuration matricielle est accompagnée d'une augmentation des deuxième et troisième modes d'endommagement (friction fibre/matrice et rupture des fibres). Tel qu'attendu, ces résultats montrent que l'endommagement global des composites est significativement affecté par la fraction volumique de fibres.

Cependant, l'augmentation graduelle avec V_f du deuxième mode de rupture, principalement du type adhésif (fibre-matrice), met clairement en évidence la faible adhérence des fibres de lin à la matrice époxy. Cette observation coïncide avec la

diminution du module d'Young et de la contrainte ultime pour une fraction volumique de fibres supérieure à 40%, à partir de laquelle on constate une augmentation des contacts fibre-fibre et par le fait même une diminution de l'adhérence fibre-matrice. Tel que mentionné précédemment, une augmentation du nombre de contacts fibre-fibre favorise l'endommagement des fibres tout en réduisant la surface de transfert de contrainte disponible à l'interface fibre-matrice. Cette explication est clairement supportée par l'augmentation des DC associés à la friction fibre-matrice et à la rupture des fibres (modes 2 et 3). De plus, les contacts fibre-fibre peuvent non seulement favoriser et provoquer la rupture des fibres, mais aussi créer des zones de concentration de contraintes aux points de contact qui, avec une augmentation de la discontinuité matricielle, peuvent conduire à une initiation prématurée des fissures dans la matrice.

La contribution et l'évolution de chaque mode d'endommagement pour les échantillons en flexion est présentée à la Figure 4.37.

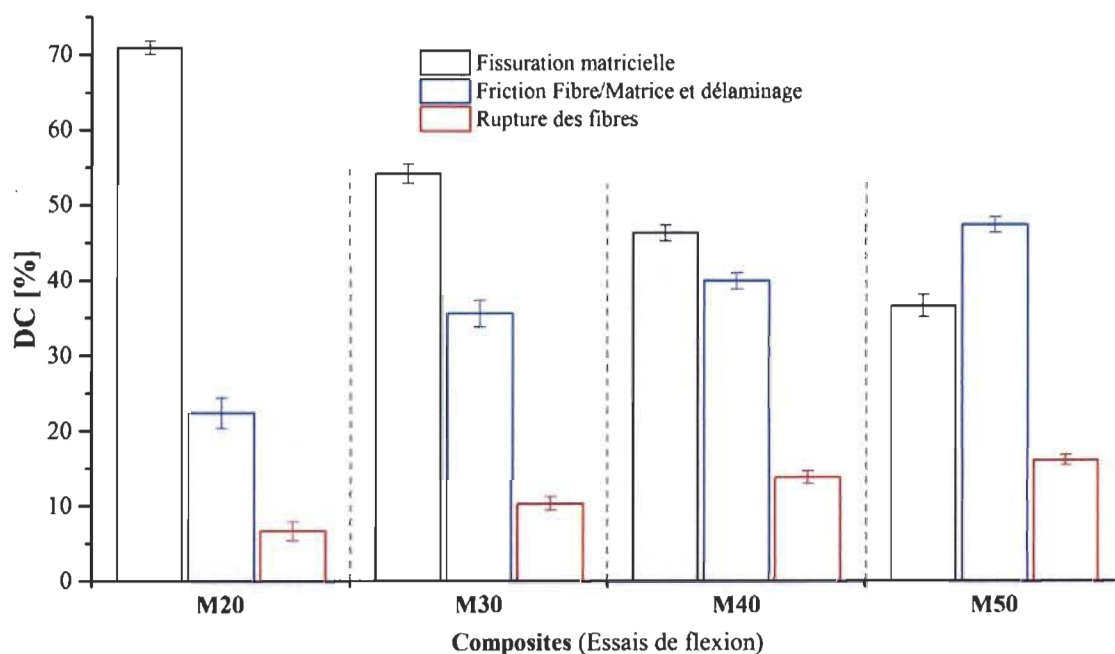


Figure 4.37: Contribution des modes d'endommagement (DC) en flexion.

Les résultats montrent que le DC attribué à la fissuration matricielle (premier mode) diminue avec l'augmentation de la fraction volumique de fibres. La contribution des deuxième et troisième modes augmente avec V_f . Le deuxième mode suit une tendance similaire à celle observée pour les essais de traction, mais sa contribution à l'endommagement global devient dominante pour un V_f de 50%.

En comparant les différents DC obtenus des essais de traction et de flexion, on peut conclure que le deuxième mode (Friction fibre-matrice) devient dominant lorsque V_f augmente, ce qui reflète la faiblesse générale de l'adhésion entre les fibres et la matrice. Ce mode d'endommagement semble plus important dans le cas d'un chargement en flexion.

4.4 Conclusions

L'analyse expérimentale de la porosité des mats à fibres courtes de lin a démontré la relation fonctionnelle entre la densité surfacique, la longueur de fibre et la distribution de la taille des pores. En particulier, pour une même densité surfacique et fraction volumique de fibres, les mats fabriqués avec des fibres plus longues sont caractérisés par une porosité plus élevée. D'autre part, l'augmentation de la densité surfacique augmente le nombre de fibres par unité de surface et réduit l'espace libre entre les fibres, ce qui donne un réseau fibreux plus dense et des pores plus petits. La longueur des fibres a un effet direct sur le nombre de fibres par unité de surface. Une augmentation de la longueur de fibre diminue le nombre total de fibres par unité de surface de sorte que la taille des pores augmente, pour une densité surfacique donnée.

Les mesures de perméabilité effectuées dans cette étude ont permis de conclure que celle-ci varie de façon exponentielle en fonction de V_f . À V_f constant, un mat de 50 g/m² est caractérisé par une perméabilité supérieure à celle d'un mat de 100 g/m². La tendance se poursuit pour des densités surfaciques plus élevées. En outre, il a été validé qu'une augmentation de la longueur des fibres augmente la perméabilité dans le plan du mat, en

concordance avec les observations sur l'évolution de la distribution de la taille des pores et de la porosité observée dans le plan.

L'étude des écoulements capillaires a montré qu'une augmentation de la densité surfacique du renfort affecte significativement la vitesse d'écoulement du fluide et la vitesse critique de remplissage minimisant la formation de vides. L'évolution du taux de vide en fonction du nombre capillaire a montré qu'une augmentation de la densité surfacique tend à diminuer le taux de vide formé.

L'étude du comportement mécanique en traction et en flexion des composites à fibres de lin sous forme de mat imprégné d'une matrice époxy, pour des fractions volumiques variables, a pour sa part démontré que les propriétés mécaniques optimales sont obtenues à $V_f = 40\%$. Au-dessus de cette valeur, les propriétés commencent à diminuer. Pour clarifier cet effet, l'émission acoustique a été utilisée pour analyser l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la fraction volumique de fibres. Elle a révélé que la baisse des propriétés à $V_f = 40\%$ est principalement attribuable à une faible adhésion fibre-matrice, représentée par la domination du mode d'endommagement « friction fibre-matrice et déchaussement », pour les deux types d'essais (traction et flexion).

En ce qui a trait à la modélisation du comportement mécanique des composites, les modèles de Cox-Krenchel pour les modules et de Kelly-Tyson pour les contraintes ont permis de bien modéliser les résultats expérimentaux pour des fractions volumiques de fibres de moins de 40%. Au-dessus de cette valeur, des prédictions surestimées ont été obtenues, lesquelles sont attribuables aux hypothèses simplificatrices des modèles, notamment : toutes les fibres possèdent une même géométrie, des propriétés identiques, une répartition homogène et uniforme dans la matrice, une interface fibre / matrice idéale et aucun effet de porosité sur les propriétés des composites, ce qui n'est pas le cas en pratique.

Chapitre V : Fabrication et caractérisation expérimentale des renforts et composites UD lin/mat lin

5.1 Introduction

Les résultats obtenus dans le chapitre précédent démontrent que les mats à fibres courtes de lin sont caractérisés par des perméabilités supérieures à celles des papiers étudiés dans le chapitre 3. Le travail présenté dans ce chapitre se réfère à l'objectif principal, soit d'optimiser la perméabilité globale du renfort UD lin-papier global, en maintenant l'approche de fabrication par procédé papetier, mais en remplaçant la couche de papier Kraft par un mat à fibres courtes de lin obtenu par projection des fibres courtes sur la couche UD de lin.

La première partie de l'étude porte sur la caractérisation à l'imprégnation de ce nouveau renfort en étudiant l'influence des paramètres caractéristiques du renfort et de moulage sur sa perméabilité. L'étude des écoulements capillaires utilisant les mêmes techniques qu'au chapitre précédent viendra ensuite. La troisième partie du chapitre traite des propriétés mécaniques en traction et en flexion des composites fabriqués en utilisant les renforts avec une matrice époxy. Les propriétés sont étudiées dans les deux directions de chargement du matériau (longitudinal et transversal), et ce pour deux configurations différentes, selon la séquence d'empilement du renfort, pour les essais de flexion.

Le chapitre se termine par l'étude de l'endommagement des composites lorsque chargés en traction et en flexion en concentrant l'analyse sur l'évolution des différents mécanismes d'endommagement conduisant à la défaillance du matériau.

5.2 Matériaux et méthodes

Un renfort de fibres longues de lin unidirectionnelles (UD) de type Tex 1000 d'une densité surfacique de 400 g/m^2 est d'abord fabriqué par la même procédure que celle décrite au chapitre 3, section 3.2.1 avec le montage de la Figure 3.1 (d). La Figure 5.1 (a) montre un échantillon de la couche.

Un deuxième renfort (Figure 5.1 (b)) est fabriqué par projection de fibres courtes de lin de 5 mm sur une couche de fils de lin unidirectionnels Tex 1000, liant ainsi les fils adjacents en établissant une liaison entre eux par le biais des fibres courtes. Pour fabriquer ce renfort, les fibres de lin alignées sont d'abord fixées sur la toile de formation à l'intérieur du tambour de la formette dynamique. Par la suite, les fibres courtes de lin sont pompées vers la buse de projection et distribuées sur la largeur de la toile de formation (par un mouvement de va-et-vient de la buse tel que décrit au chapitre 3) pour produire une couche mince de fibres courtes de densité surfacique uniforme et déposée sur le lin UD pour obtenir au final une adhérence considérable entre les deux types de fibres. Le poids initial de la fibre courte de lin est ajusté pour obtenir deux densités surfaciques différentes de 100 et 200 g/m² en surface de la couche de lin UD.

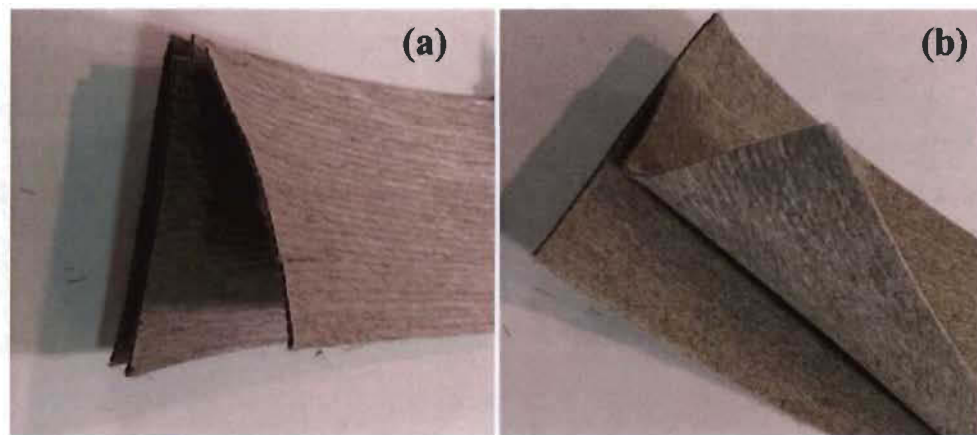


Figure 5.1: Différents types de renforts fabriqués : a) UD seul; b) Mat-UD.

La caractérisation expérimentale de la perméabilité est effectuée en suivant la même procédure et en utilisant les mêmes équipements présentés au chapitre 4. La fabrication des échantillons et la caractérisation du comportement mécanique et de l'endommagement des composites sont aussi effectuées en suivant les mêmes procédures et équipements que ceux présentés au chapitre précédent. Quatre couches de renfort sont utilisés pour les essais de perméabilité et la fabrication des composites.

5.3 Résultats et discussions

5.3.1 Étude de la perméabilité

Pour des renforts de type mat et unidirectionnel, les mécanismes agissant sur le comportement à l'imprégnation sont différents. La différence structurale entre un mat à fibres courtes orientées aléatoirement et un renfort unidirectionnel à fibres longues continues engendre aussi des perméabilités différentes.

La Figure 5.2 présente les résultats des mesures de perméabilité planaire des deux mats (M100 et M200, équivalents des mats S100L5 et S200L3 dans le chapitre 4) et du renfort unidirectionnel seul (sans liant mat) en fonction de la fraction volumique de fibres (V_f). Pour chaque renfort, la perméabilité axiale est montrée (dans le sens des fibres pour le renfort UD et dans le sens MD pour les mats).

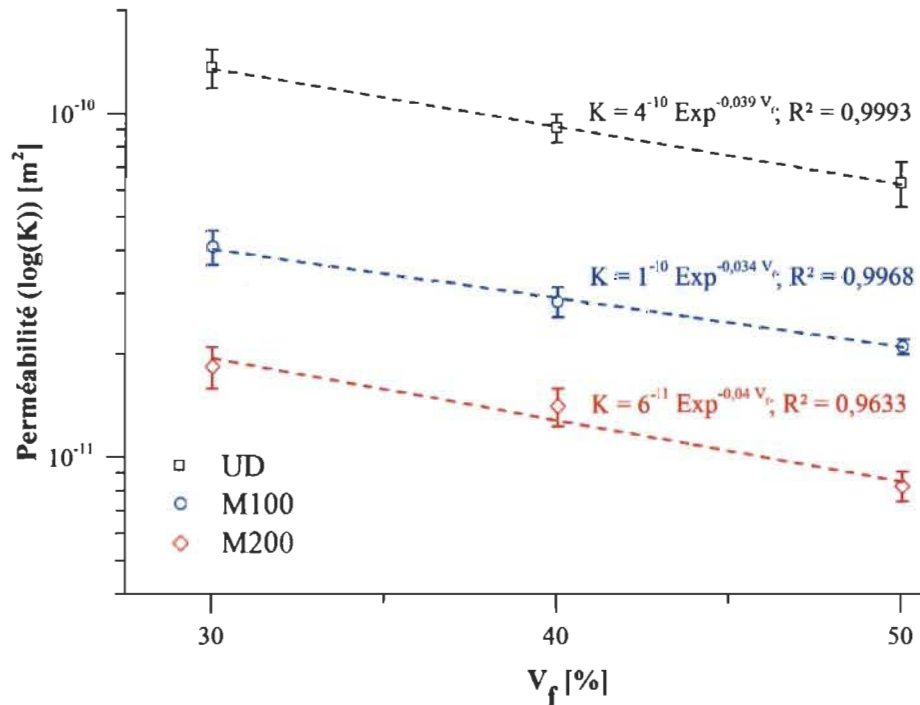


Figure 5.2: Effet de la fraction volumique de fibre sur la perméabilité des renforts UD-lin et mat-lin.

Pour les deux types de renforts, une diminution exponentielle de la perméabilité au fluide est observée lorsque V_f augmente. Le renfort UD est caractérisé par une perméabilité supérieure à celle des mats, quelle que soit la fraction volumique de fibres. Ceci peut être attribué à la nature de forces agissantes sur l'écoulement du fluide dans le renfort. Les forces visqueuses peuvent être dominantes pour des renforts UD avec un écoulement longitudinal interfils potentiellement important, comparé à des mats de densité élevée où les forces capillaires deviennent dominantes. La différence de perméabilités des deux mats de densité surfacique de 100 et 200 g/m² et la tendance exponentielle en fonction de V_f sont expliquées au chapitre précédent.

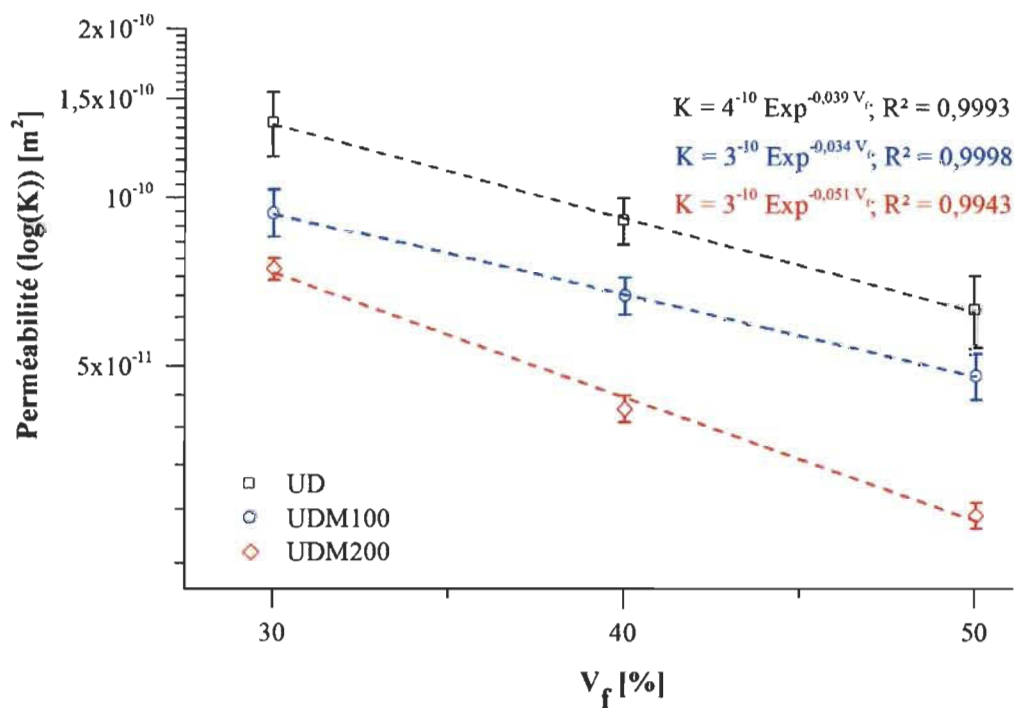


Figure 5.3: Effet de l'ajout des fibres courtes sur la perméabilité des renforts UD lin/mat lin.

La perméabilité du renfort UD lin-mat formé de la combinaison des deux types de renfort (par projection des fibres courtes sur les fibres unidirectionnelles), est montrée en fonction de V_f à la Figure 5.3. Si on regarde l'évolution de la perméabilité des renforts, l'ajout des

fibres courtes n'affecte pas le comportement exponentiel en fonction de V_f . De plus, la perméabilité supérieure du renfort unidirectionnel seul est réduite par la présence des fibres courtes, peu importe V_f , et ce phénomène de réduction s'intensifie en augmentant leur densité surfacique dans le renfort global. Ceci est normal puisque la perméabilité d'un empilement dépend de la moyenne des perméabilités des couches constitutives. Les mats à densité surfacique plus élevée étant caractérisés par une plus faible perméabilité (voir Figures 4.19 et 4.20), la perméabilité globale est réduite en augmentant la densité surfacique des fibres courtes projetées du renfort.

5.3.2 Propriétés physiques et mécaniques

5.3.2.1 Propriétés physiques des composites fabriqués

Les propriétés physiques et la composition volumétrique des divers composites fabriqués, mesurées suivant la méthode décrite dans les normes ASTM D2734 et ASTM D792, sont présentées dans le Tableau 5.1. Elles sont séparées en trois groupes et désignées en référence au type de renfort et à la fraction volumique de fibres. Pour le premier groupe, UD se réfère au renfort à fibres de lin unidirectionnelles seules et 20 est la fraction volumique de fibres. Pour le deuxième groupe, M se réfère au mat et 20 est la fraction volumique de fibres. Le dernier groupe représente le composite UD lin/mat de lin (UDM). UDM est suivi de la densité surfacique équivalente des fibres courtes de lin projetées (mat) et ensuite par la fraction volumique de fibres.

La densité des composites fabriqués augmente avec la fraction volumique de fibres et se rapproche de la densité de la fibre de lin de 1.45 gcm^{-3} . Un faible taux de vide est mesuré pour les différents composites, allant de 0.23 à 1.71%. Compte tenu de la fraction volumique maximale de vide (moyenne + Écart type), une corrélation peut être déduite entre le taux de vide et la fraction volumique de fibres, sauf le deuxième type de composite (mats). Comparativement aux fibres longues seules (premier groupe), la présence des mats dans le troisième groupe a diminué le taux de vide, qui passe de 1.70 à 1.37%, pour un V_f

de 40%. Ce dernier a diminué de nouveau dans le UDM200-40 pour un mat à 200 g/m² pour atteindre un taux de 0.88% à la même fraction volumique de fibres.

Tableau 5.1: Propriétés physiques des composites fabriqués (moyenne \pm Écart type).

Composite	Fraction massique des fibres w_f [%]	Densité du composites ρ_c [g/cm ³]	fraction volumique de fibres v_f [%]	fraction volumique de vide v_{vide} [%]
UD-20	24.2	$1.20 \pm 65 E^{-4}$	20.04 ± 0.10	0.98 ± 0.54
UD-30	36.6	$1.23 \pm 71 E^{-4}$	31.15 ± 0.17	0.96 ± 0.63
UD-40	47.1	$1.26 \pm 64 E^{-4}$	40.94 ± 0.21	1.20 ± 0.50
M-20	24.737	$1.21 \pm 78 E^{-4}$	20.502 ± 0.13	1.04 ± 0.63
M-30	36.13	$1.23 \pm 51 E^{-4}$	30.735 ± 0.12	0.93 ± 0.41
M-40	47.52	$1.26 \pm 42 E^{-4}$	41.58 ± 0.13	0.62 ± 0.32
UDM100-20	25.1	$1.20 \pm 29 E^{-4}$	20.90 ± 0.05	0.91 ± 0.24
UDM100-30	35.9	$1.23 \pm 46 E^{-4}$	30.53 ± 0.11	0.88 ± 0.37
UDM100-40	45.7	$1.27 \pm 23 E^{-4}$	40.04 ± 0.07	0.89 ± 0.48
UDM200-20	26	$1.21 \pm 48 E^{-4}$	21.68 ± 0.08	0.77 ± 0.29
UDM200-30	36.01	$1.23 \pm 44 E^{-4}$	30.68 ± 0.10	0.70 ± 0.46
UDM200-40	46.3	$1.26 \pm 26 E^{-4}$	40.51 ± 0.08	0.78 ± 0.10

5.3.2.2 Propriétés mécaniques des composites

Les fibres courtes de lin sont principalement utilisées comme liant pour les fils unidirectionnels, en créant une meilleure cohésion entre eux pour permettre de manipuler le renfort final sans détacher les fils ou les désorienter. D'autre part, la combinaison de deux types de fibres aura un impact sur les propriétés mécaniques des composites. Dans ce cas, les composites obtenus sont composés de l'assemblage de deux composites différents (une couche composite lin UD/époxy et une autre de type mat/époxy). Ainsi,

les propriétés mécaniques dans le sens transversal des fils UD étant très limitées, celles-ci seront partiellement compensées par les propriétés mécaniques du composite mat / époxy. Ceci peut être avantageux pour des pièces composites soumises à un chargement bidirectionnel.

Afin d'étudier le comportement mécanique en traction et en flexion de ces matériaux, des essais ont été réalisés dans le sens longitudinal et transversal. Pour les essais de flexion les échantillons ont de plus été testés selon deux orientations différentes en fonction de la séquence d'empilement du renfort, tel que montré à la Figure 5.4.

5.3.2.2.a) Propriétés mécaniques en traction

Les résultats obtenus pour les propriétés mécaniques en traction sont résumés dans le Tableau 5.2. Pour les composites UD / époxy, une augmentation proportionnelle du module et de la contrainte maximale longitudinal sont observés quand la fraction volumique de fibres est augmentée. D'autre part, le chargement des composites dans le sens transverse conduit à une perte de la performance du composite, avec un effet plus prononcé sur la contrainte ultime qui est sensiblement diminuée et qui devient même inférieure à la résistance de la matrice époxy non renforcée.

Les propriétés mécaniques en traction des composites UD/époxy sont comparables à celles obtenues de la littérature [178, 179]. Le module longitudinal, pour une fraction volumique de fibres de 40%, est même concurrent aux composites à fibres de verre. La contrainte maximale à la traction demeure pour sa part inférieure. Les composites à fibres de verre sont caractérisés par un module et une résistance à la traction de l'ordre de 34 à 37 GPa et 700 à 825 MPa, respectivement [178]. Ces propriétés supérieures ne sont pas seulement dues aux propriétés mécaniques supérieures des fibres, mais également à leur différence structurelle. Les fibres de verre sont de section transversale circulaire parfaite comparée aux fibres de lin qui sont utilisées sous forme de fils composé de fibres discontinues torsadées. D'autre part, les fibres de verre sont plus compatibles avec la résine époxy comparativement aux fibres végétales hydrophiles.

Tableau 5.2: Propriétés mécaniques en traction.

Composite	Module longitudinal E_T^L [GPa]	Contrainte maximale longitudinale σ_T^L [MPa]	Module transverse E_T^T [GPa]	Contrainte maximale σ_T^T [MPa]
Époxy	3.5 ± 0.25	68.90 ± 4.5	-	-
UD-20	17.30 ± 2.59	202.87 ± 20.13	3.65 ± 0.31	42.73 ± 8.08
UD-30	24.81 ± 2.92	268.11 ± 19.07	3.29 ± 0.15	39.88 ± 9.22
UD-40	30.24 ± 2.83	329.23 ± 20.26	3.06 ± 0.19	36.53 ± 11.29
M-20	7.68 ± 0.26	90.40 ± 3.08	-	-
M-30	9.86 ± 0.29	98.29 ± 3.05	-	-
M-40	10.95 ± 0.37	107.62 ± 2.89	-	-
UDM100-20	15.09 ± 1.08	191.25 ± 12.95	6.57 ± 0.49	80.46 ± 2.74
UDM100-30	20.67 ± 1.19	234.56 ± 9.33	8.79 ± 0.62	84.536 ± 2.62
UDM100-40	25.92 ± 1.05	292.37 ± 8.36	9.82 ± 0.31	97.93 ± 1.54
UDM200-20	13.38 ± 0.52	168.49 ± 7.29	6.92 ± 0.30	83.62 ± 1.05
UDM200-30	17.91 ± 0.72	209.56 ± 8.22	9.12 ± 0.32	90.92 ± 0.50
UDM200-40	21.54 ± 0.85	257.12 ± 7.56	10.13 ± 0.13	99.55 ± 1.18

Les propriétés en traction montrent que le module et la contrainte augmentent avec la fraction volumique de fibres. Pour le composite mat M40, le module d'Young est d'environ 3 fois supérieur au module de l'époxy non renforcé, alors qu'il est entre 6 et 9 fois supérieur pour les UDM200-40 et UD-40 respectivement. La résistance augmente aussi avec V_f , et la résistance initiale de la résine époxy est plus que doublée à la même fraction volumique.

Pour les composites lin UDM, l'ajout de fibres courtes de lin n'affecte pas le comportement des propriétés mécaniques en fonction de V_f (les propriétés augmentent avec V_f). Cependant, l'ajout du mat influence négativement à la fois sur le module et la contrainte.

En particulier, pour les composites lin UDM et pour toutes les fractions volumiques de fibres, une diminution des propriétés est observée dans le sens longitudinal. Les mats permettent cependant d'améliorer les propriétés mécaniques dans le sens transversal. En fait, pour les composites lin UDM 100, une légère diminution de 14.28% et 13.25% des propriétés longitudinales des composites est accompagnée par une augmentation significative de 181% et 140% des propriétés transversales, à $V_f = 40\%$.

Ainsi, l'utilisation de fibres courtes de lin a non seulement augmenté les propriétés mécaniques des composites (UDM100) dans le sens transversal, atteignant environ 87% des propriétés mécaniques d'un composite mat/époxy, mais elle a aussi réduit significativement la variabilité des composites lin UDM. La réduction de la variabilité se traduit par une réduction de l'écart type pour une propriété mesurée. Dans ce cas (composites lin UDM), la variabilité du module d'Young et de la contrainte maximale a été réduite de 57% et 59%, respectivement.

Une augmentation de la densité surfacique à 200 g/m² (composites lin UDM200), représentant environ 50% de la densité surfacique de la couche de lin unidirectionnel, a engendré une diminution de 29% et 26% du module et de la contrainte maximale longitudinale à $V_f = 40\%$. D'autre part, aucun effet sur les propriétés transversales n'est observé, seulement une légère augmentation des propriétés moyennes mesurées. Une réduction supplémentaire de l'écart type est également observée.

D'une manière générale, l'ajout de fibres courtes orientées aléatoirement influence significativement le mode de rupture des composites testés. Les fibres courtes contribuent à limiter la propagation de fissures entre le long des fils de lin unidirectionnels par cisaillement longitudinal.

5.3.2.2.b) Propriétés mécaniques en flexion

Les propriétés en flexion sont résumées dans le Tableau 5.3. Pour tous les types de renforts, une augmentation de la fraction volumique de fibres produit une augmentation des propriétés longitudinales (module et contrainte maximal longitudinales). L'ajout de

fibres courtes de lin a un effet significatif sur les propriétés transversales et globalement la même tendance que celle observée en traction se répète pour les propriétés en flexion, pour toute fraction volumique de fibres, ainsi que pour les deux densités surfaciques équivalentes dans le cas du composite UDM.

Tableau 5.3: Propriétés mécaniques en flexion.

Composite	Module longitudinal E_F^L [GPa]	Contrainte maximale longitudinale σ_F^L [MPa]	Module transverse E_F^T [GPa]	Contrainte maximale transverse σ_F^T [MPa]
Epoxy	1.52 ± 0.325	50.79 ± 3.62	-	-
UD-20	11.67 ± 1.19	142.29 ± 7.16	1.28 ± 0.09	46.85 ± 5.94
UD-30	17.05 ± 1.50	208.31 ± 9.01	1.35 ± 0.18	43.72 ± 7.48
UD-40	22.10 ± 2.39	287.53 ± 7.19	1.33 ± 0.21	44.59 ± 5.90
M-20	7.68 ± 0.26	90.40 ± 3.08	-	-
M-30	9.86 ± 0.29	98.29 ± 3.05	-	-
M-40	10.95 ± 0.37	107.62 ± 2.89	-	-
UDM100-20-LM	10.59 ± 0.42	131.86 ± 6.79	4.93 ± 0.45	60.87 ± 5.35
UDM100-30-LM	15.03 ± 0.72	193.82 ± 5.55	5.84 ± 0.78	72.54 ± 5.00
UDM100-40-LM	19.67 ± 0.68	274.68 ± 6.82	6.34 ± 0.16	89.42 ± 1.96
UDM100-20-LUD	8.83 ± 0.22	116.65 ± 3.29	6.05 ± 0.32	68.73 ± 2.12
UDM100-30-LUD	13.19 ± 0.51	182.46 ± 2.22	7.16 ± 0.28	81.90 ± 1.47
UDM100-40-LUD	18.63 ± 0.06	262.138 ± 4.36	7.78 ± 0.18	100.96 ± 1.01
UDM200-20-LM	9.17 ± 0.23	115.26 ± 6.51	5.67 ± 0.34	70.07 ± 4.06
UDM200-30-LM	13.29 ± 0.20	173.86 ± 4.37	6.72 ± 0.59	81.42 ± 3.85
UDM200-40-LM	16.95 ± 0.19	228.44 ± 2.65	7.29 ± 0.12	102.84 ± 4.49
UDM200-20-LUD	7.79 ± 0.16	96.71 ± 3.54	6.22 ± 0.24	70.72 ± 4.24
UDM200-30-LUD	11.59 ± 0.36	146.82 ± 2.77	7.37 ± 0.26	84.28 ± 5.63
UDM200-40-LUD	15.12 ± 0.22	208.375 ± 3.35	8.06 ± 0.12	103.89 ± 2.55

Une différence majeure est cependant observée dans le cas des composites UDM100 et UDM200. Tant pour les directions longitudinale que transversale, le composite se

comporte de manière différente dépendant de la séquence d'empilement des renforts. La configuration du chargement est détaillée sur la Figure 5.4.

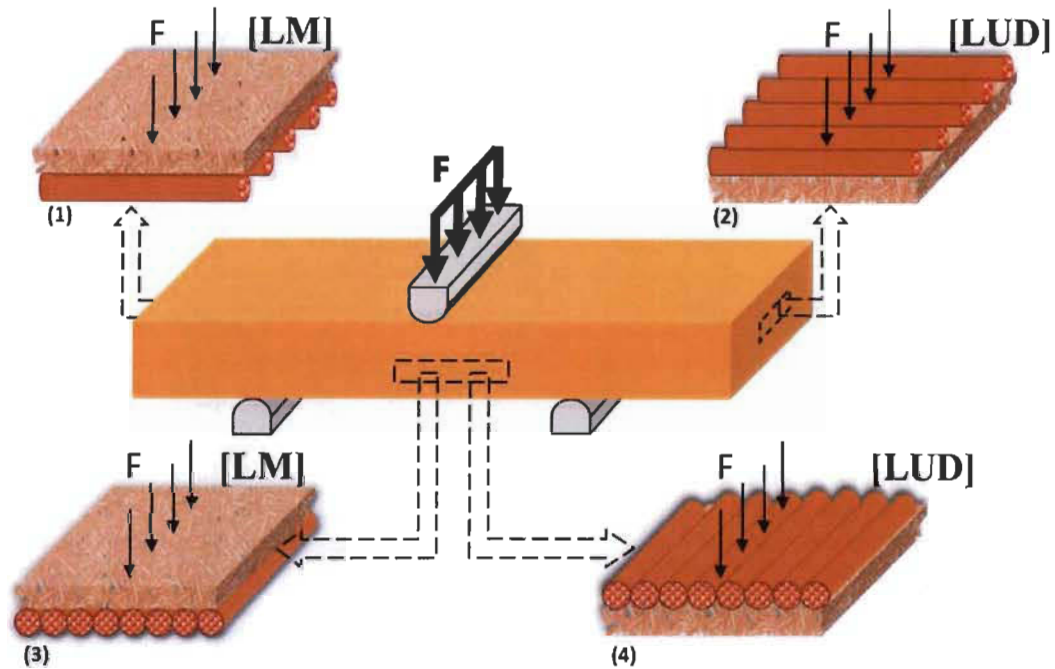


Figure 5.4 : Configuration du chargement en flexion des composites UDM100 et UDM200.

Pour les cas (a) et (c) de la Figure 5.4, la couche supérieure du composite est une couche de mat soumise à une compression tandis que la couche inférieure, couche unidirectionnelle, est en état de tension. L'ordre d'empilement des couches est inversé pour les cas (b) et (d) ce qui affecte les contraintes dans les couches de surface. Les composites à fibres longues unidirectionnelles sont caractérisés par des propriétés mécaniques élevées en traction et en flexion par rapport aux composites à fibres courtes. En flexion, la rupture se produit dans la couche sollicitée en tension située en surface de l'échantillon. Ainsi, les propriétés inférieures du composite UDM100-LUD, comparativement aux UDM100-LM, sont dues aux faibles propriétés de couches de mat à fibres courtes.

À $V_f = 40\%$ pour la configuration LM, les échantillons UDM100-40-LM montrent une chute de 12% et 4.7% du module et de la contrainte maximal longitudinales, respectivement, comparativement aux échantillons UDM200-40-LM. Pour la configuration LUD, la chute augmente à 19% et 10% pour les mêmes propriétés. L'utilisation d'un mat de 200 g/m^2 a un effet significatif sur les propriétés longitudinales en flexion. La baisse du module et de la contrainte maximale longitudinale s'intensifie pour atteindre 30% et 26% respectivement, pour le premier mode de chargement, à un V_f de 40%. Pour la même fraction volumique de fibres, cette diminution est encore plus importante pour une configuration du type LM, avec une baisse de 47% et 38% des mêmes propriétés.

D'autre part, pour un mode de chargement LM, l'écart type est réduit de 72% pour une densité surfacique de 100 g/m^2 des fibres courtes, ce qui se traduit par une diminution de la variabilité des propriétés mesurées. Pour le mode de chargement LUD, les propriétés longitudinales dépendent plus des propriétés de la couche de fibres courtes de lin placée en dessous. L'augmentation de la densité surfacique du mat à 200 g/m^2 augmente leur influence sur les propriétés finales des composites. Cependant, le mode de chargement de l'échantillon dans le cas des composites UDM200 augmente leur dépendance aux propriétés mécaniques de la couche en tension.

Les propriétés transversales en flexion suivent aussi la tendance obtenue des essais de traction. Le module et de la contrainte maximale transversales augmentent avec V_f , mais le résultat dépend aussi de la configuration de chargement. Pour un chargement LM, une augmentation de 58% et 71% des propriétés transversales est obtenue pour le composite UDM100. Pour un chargement LUD, une augmentation de 83% et 94% est obtenue. Les propriétés inférieures du chargement LM sont attribuées à l'initiation de fissure dans les zones riches en résine localisées entre les fils de la couche UD localisée à la surface inférieure subissant la contrainte de tension. L'augmentation de la densité surfacique des mats ne semble pas avoir d'effet sur les propriétés transversales (composites UDM200),

du fait qu'une augmentation de la densité surfacique d'un mat ne se traduit pas par une augmentation des propriétés mécaniques d'un composite résultant.

5.3.3 Analyse de l'endommagement par émission acoustique

5.3.3.1 Analyse générale de l'endommagement des composites en traction

L'évolution de l'énergie cumulée a été adoptée pour caractériser les mécanismes d'endommagement des différents composites testés, pour une fraction volumique de fibres de 40%. Les courbes d'énergie cumulée des essais traction sont regroupées à la Figure 5.5 et montrées avec les courbes contrainte-déformation correspondantes. Différentes tendances sont observées selon le type composite.

La Figure 5.5 montre une différence significative dans l'évolution de l'énergie cumulée en fonction du type d'échantillon testé. Pour la matrice époxy (Figure 5.5 (a)), le premier événement apparaît au début du chargement et l'énergie cumulée suit une tendance similaire à celle de la charge appliquée. Pour le UD-40 (Figure 5.5 (b)), le premier signal apparaît au début du chargement. Une augmentation linéaire de l'énergie cumulée est observée dans l'intervalle de déformation de [0% 0.15%], ce qui reflète une augmentation de l'activité acoustique et une possible initiation d'un ou plusieurs mécanismes d'endommagement. La pente de l'énergie AE commence à diminuer après une déformation de 0.2%, mais l'accumulation continue de croître. Cela reflète une continuité dans la détection des événements dans le matériau. À une déformation de 1.1%, l'énergie cumulée commence à augmenter de façon exponentielle, ce qui reflète une intensification de l'activité acoustique.

Dans le cas du composite M-40 (Figure 5.5 (c)), aucun signal n'est détecté avant d'atteindre une déformation de 0.1%. Pour un intervalle de déformation [0% 0.15%], l'énergie accumulée reste beaucoup plus faible que pour UD-40, ce qui reflète une différence entre leurs modes d'endommagements. L'énergie cumulée pour le composite M-40 commence à augmenter de façon exponentielle à une déformation de 0.2%, suggérant l'apparition

d'un nouveau mode d'endommagement en parallèle avec la fissuration matricielle. Une stabilisation se produit à 0.4% de déformation, reflétant une baisse de l'activité acoustique.

L'effet de la combinaison de fils unidirectionnels avec des fibres courtes de lin sur les modes d'endommagement est visible sur la Figure 5.5 (d). Un changement de la pente et une diminution de l'énergie cumulée avant et également après 0,2% de déformation, permet de conclure un changement dans l'évolution des modes d'endommagements par rapport à des mats ou des fils UD seul.

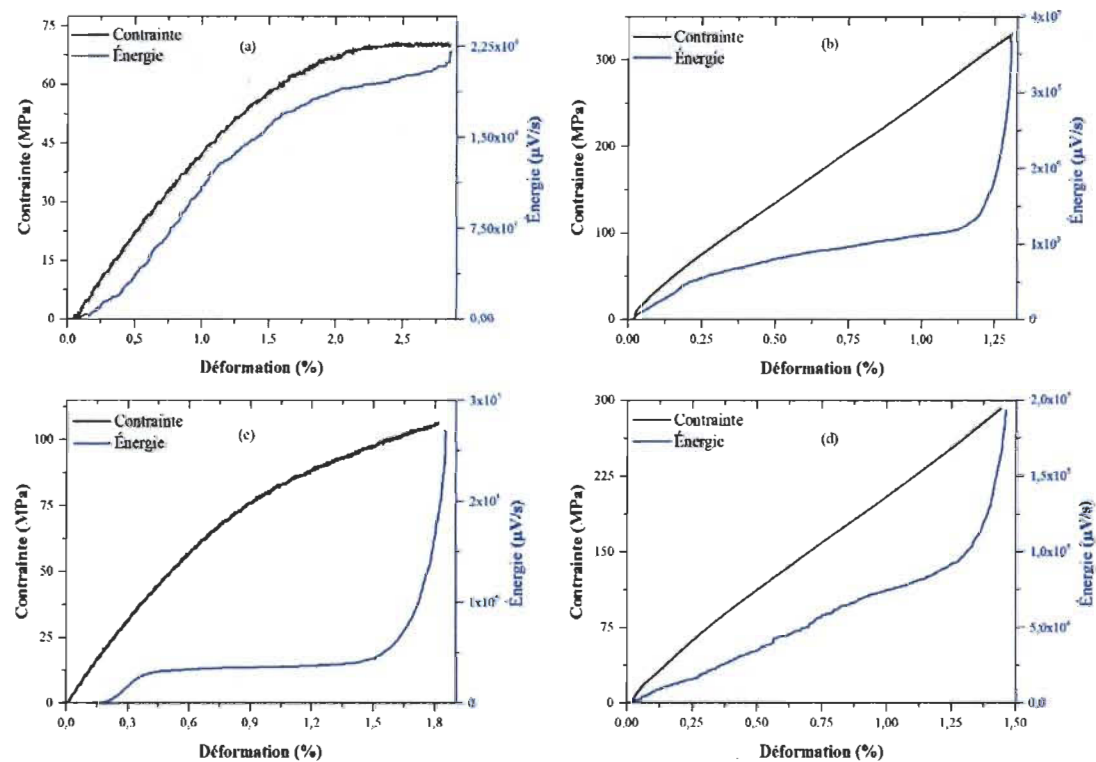


Figure 5.5: Courbes contrainte-déformation et cumulative d'énergie des composites testés en traction; (a) Époxy, (b) UD-40, (c) M-40, (d) UD100-40.

Tous les composites testés sont caractérisés par une augmentation exponentielle de l'énergie cumulée à une déformation d'environ 75% de la déformation ultime. Cette tendance reflète une augmentation de l'activité acoustique et donc de l'endommagement du matériau. L'augmentation exponentielle est suivie d'une très importante intensification de l'énergie cumulée vers la fin des essais, signalant la défaillance finale des composites.

On peut lier cette dernière observation aux courbes de contrainte pour chaque type composite. Pour M40 et UD-40, la tendance exponentielle est observée aux contraintes de 95 MPa et 269 MPa, respectivement. L'ajout de fibres courtes de lin diminue cette valeur à 258 MPa pour le composite UDM100-40. Ceci confirme que l'ajout de fibres courtes de lin diminue non seulement les propriétés mécaniques, mais elle affecte également l'évolution de l'endommagement des composites, ce qui suggère une relation entre propriétés mécaniques et endommagement.

5.3.3.2 Analyse générale de l'endommagement des composites en flexion

La Figure 5.6 présente l'évolution caractéristique de l'énergie cumulée pour le chargement en flexion des composites dans le sens longitudinal d'orientation des couches UD.

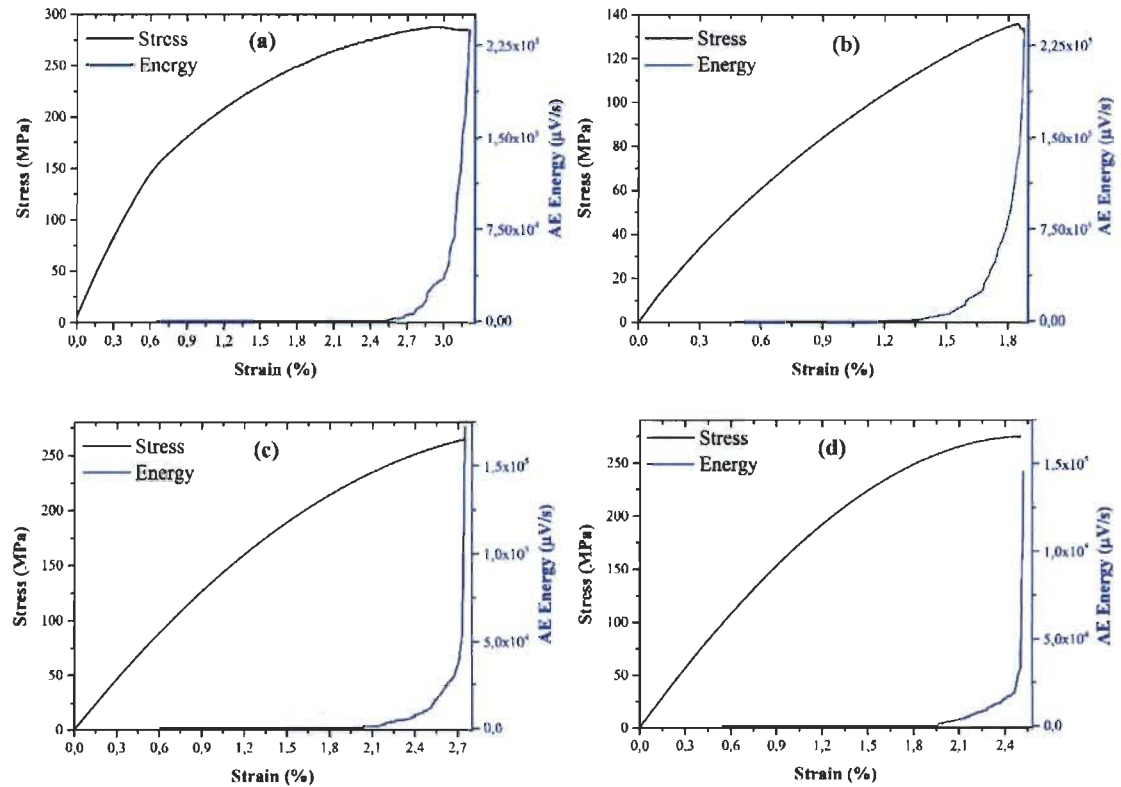


Figure 5.6: Courbes contrainte-déformation et cumulative d'énergie des composites testés en flexion; (a) UD-40, (b) M-40, (c) UD100-40-LUD, (d) UD100-40-LM.

Les courbes montrent clairement que l'activité acoustique débute à des niveaux de déformation et un niveau de chargement supérieurs à ceux des tests de traction. Aucun événement n'a été détecté pendant la déformation élastique initiale des composites et ce jusqu'à une déformation d'environ 20% de la déformation à la rupture (déformation ultime). Par la suite, des événements d'une durée limitée et de faible énergie cumulée ont été observés jusqu'à 80% de la déformation à la rupture. À partir de cette valeur et pour tous les composites, l'évolution devient exponentielle, reflétant ainsi une augmentation significative de l'activité acoustique dans le matériau. Un aplatissement vertical (asymptote verticale) de la courbe est finalement observé au voisinage de la charge ultime.

L'effet de l'ajout des fibres courtes sur l'endommagement n'est pas évidente pour le chargement en flexion, vu le comportement similaire des différents types de composites. Deux tendances majeures sont cependant identifiables. Premièrement, tous les échantillons sont caractérisés par une faible énergie cumulée entre 20% et 80%. Ces événements de faible amplitude sont généralement attribués à la fissuration matricielle. Deuxièmement, l'énergie cumulée continue d'augmenter jusqu'à la fin de l'essai dans la phase d'aplatissement final. Entre ces deux cas facilement observables, l'évolution des courbes ne permet aucune interprétation claire ne peut être menée pour distinguer les différents mécanismes d'endommagement.

Ainsi, une analyse plus détaillée, basée sur l'identification des mécanismes d'endommagement en utilisant les propriétés des événements acoustiques, est nécessaire afin d'obtenir plus de détails sur l'évolution de l'endommagement à l'intérieur des composites. Ceci permettra de mieux cerner l'effet de l'ajout des fibres courtes de lin.

5.3.3.3 Identification des modes d'endommagement en traction

Une meilleure compréhension des types et de l'évolution des différents modes d'endommagements à l'intérieur d'un composite nécessite l'étude préalable des événements caractéristiques définissant l'endommagement de la matrice non renforcée. Il est généralement admis que les fissures (crack en anglais) sont développées sous l'effet de la rupture des fibrilles des craquelures (craze en anglais) [180-182].

La figure 5.7 présente la distribution complète des événements acoustiques pour la matrice époxy, pendant un test de traction. Ces événements sont regroupés en deux classes. La première classe (carrés noirs) est attribuée aux événements définissant l'évolution des craquelures sous l'effet de la charge appliquée: la nucléation et la croissance. La deuxième classe (croix rouges) est attribuée aux événements de fissuration définissant l'initiation et l'évolution de la fissure. Par conséquent, les événements de la première classe sont caractérisés par des amplitudes comprises entre 38 et 55 dB et les événements de la deuxième classe entre 50 et 70 dB. Ces deux classes seront considérées comme un seul mode d'endommagement appelé "fissuration matricielle" dans le reste du chapitre.

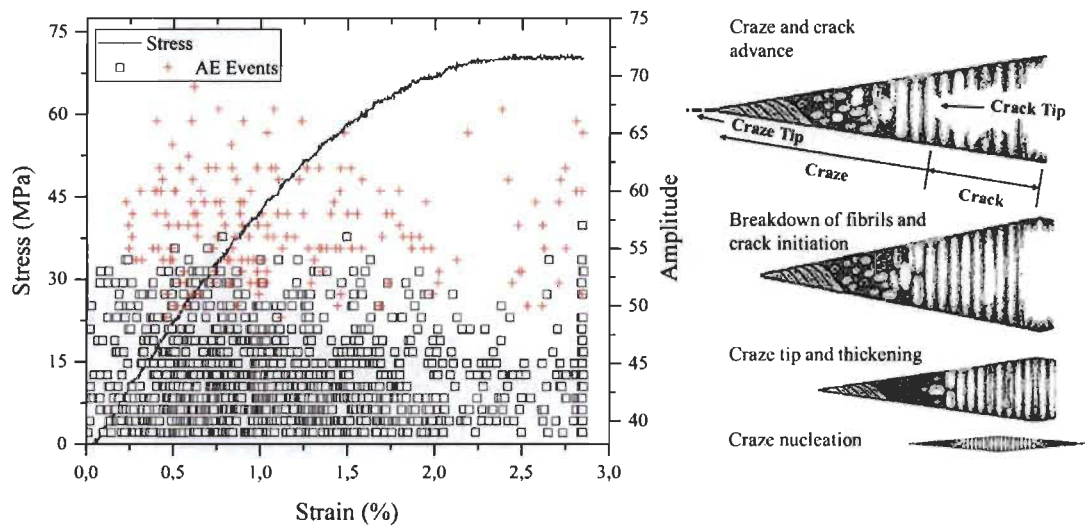


Figure 5.7: Courbes contrainte-déformation et classification des événements acoustiques définissant les modes d'endommagements de l'époxy testés en traction.

Pour les matériaux composites chargés en traction, les événements acoustiques sont principalement attribués à trois modes d'endommagement: fissuration matricielle définie ci-dessus, des modes d'endommagement du type adhésif (fibre-matrice) attribué aux

décohésion et déchaussement fibre-matrice, et un dernier mode attribué à la rupture des fibres [169, 183] (voir Figure 5.8).

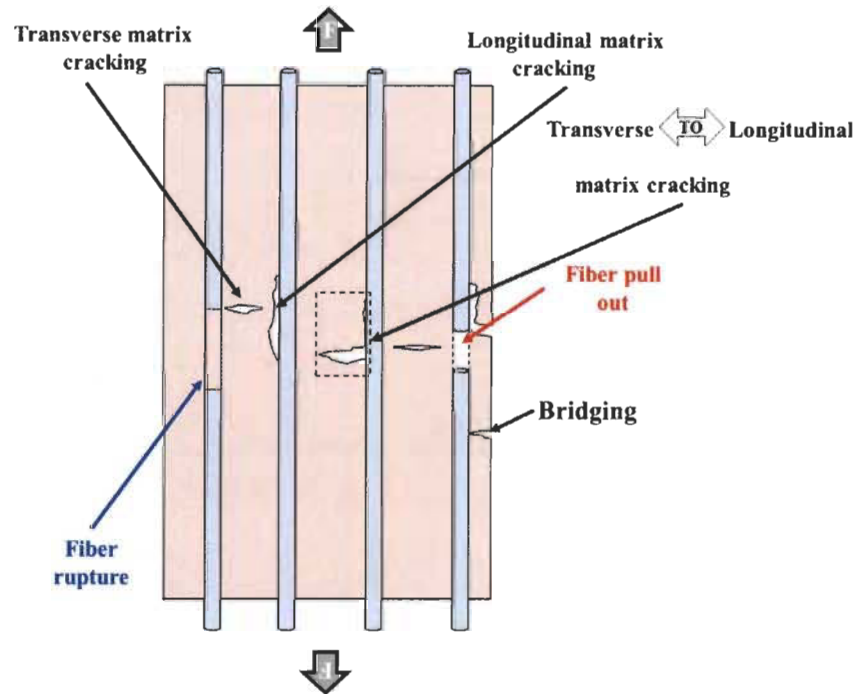


Figure 5.8: Modes d'endommagement des composites renforcés.

La figure 5.9 présente la classification des modes d'endommagement en fonction de la charge appliquée en traction (A1, B1 et C1) et la courbe d'énergie cumulée correspondante à chaque mode d'endommagement (A2, B2 et C2). Ceci permet de partitionner les amplitudes des événements en trois zones distinctes en fonction de la déformation. La corrélation de cette partition avec la forme de la courbe contrainte-déformation donne une description plus claire de l'évolution des différents modes d'endommagements durant le chargement du composite.

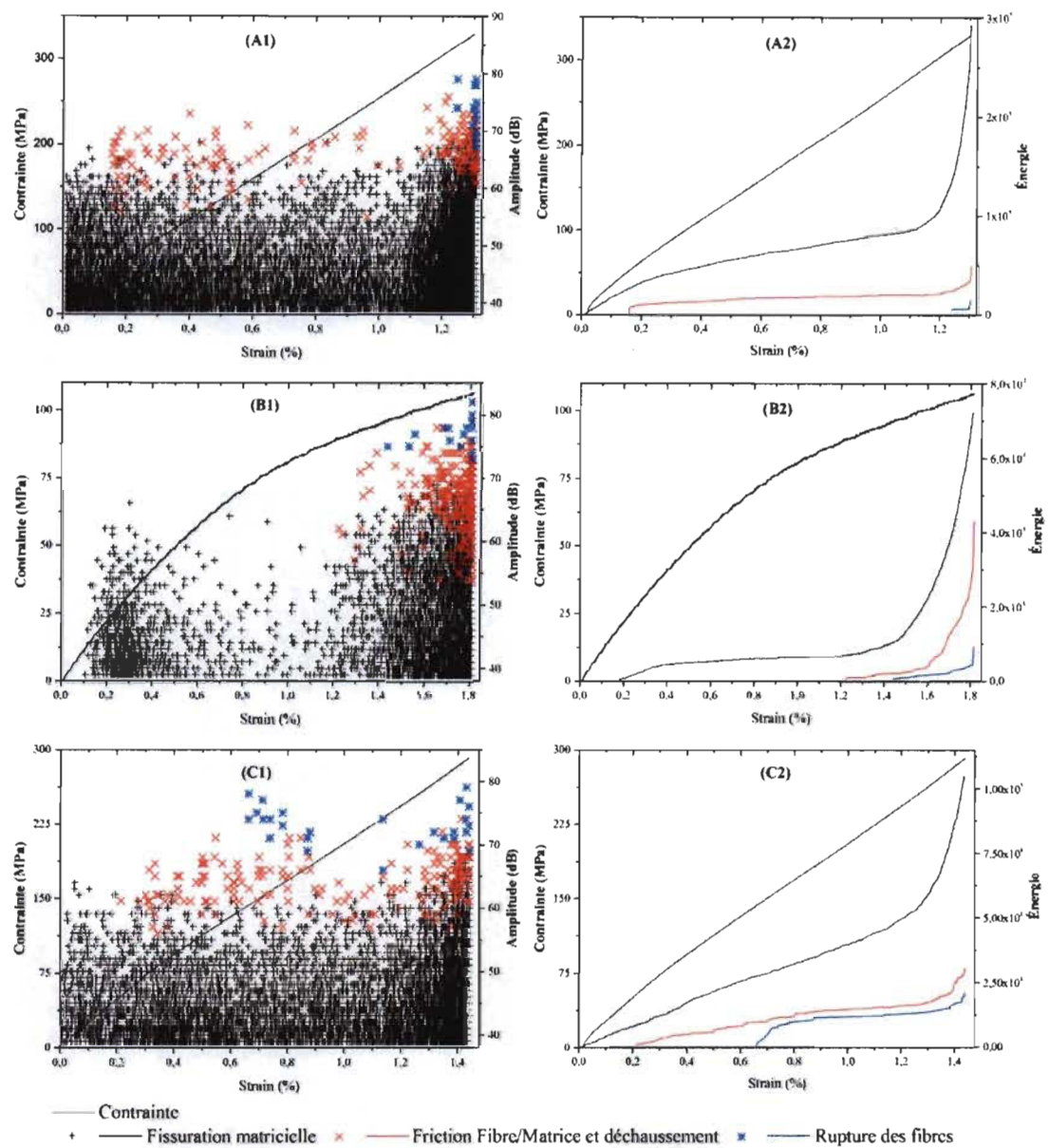


Figure 5.9: Courbes contrainte-déformation et classification des événements acoustiques définissant les modes d'endommagements en traction des composites; (A1 and A2) UD-40, (B1 and B2) M-40, (C1 and C2) UD100-40.

Pour le composite UD-40, l'initiation de l'endommagement est attribuée à la fissuration matricielle qui apparaît au début du test. Dans le cas du composite M-40, la fissuration matricielle apparaît à une déformation de 0.1%. Comme déjà observé sur la figure 5.5, l'énergie accumulée pour le composite M-40 montre une baisse de l'activité acoustique à une valeur de déformation de 0.4%, correspondant à une contrainte d'environ 40 MPa. D'autre part, la pente de l'énergie cumulée est restée importante après 0.2% de déformation dans le cas du composite UD-40. Ceci est soutenu par la figure 5.9 (A1), où on observe une continuité dans la détection des événements dans le matériau sollicité.

Des différences sont également observées pour le deuxième mode d'endommagement. Ce mode est observé à une déformation de 0.18% pour le composite UD-40, comparativement à 1.2% pour le composite M-40. Les courbes de contrainte permettent de conclure que le second mode commence à 50 MPa et de 90 MPa pour UD-40 et M-40, respectivement. Encore une fois, la comparaison entre les figures 5.9 (A1) et 5.9 (C1) montre une réduction des événements du second mode d'endommagement, qui peuvent être clairement vus et confirmés par la valeur finale de l'énergie cumulée qui diminue d'environ la moitié (figures 5.9 (A2) et 5.9 (C2)). Dans le cas du composite UD-40, une adhérence plus faible et une propagation de fissure possible à l'interface fibre-matrice peuvent être responsables de l'initiation antérieure de ce mode d'endommagement.

De par la nature de ce mode d'endommagement, de type d'adhésif, et l'apparition de ce mode pour un très faible niveau de déformation pour l'essai UD-40, nous pouvons déduire de ces résultats que la qualité de l'adhésion fibres-matrice du composite UD-40 est limitée, ce qui favorise l'initiation de ce mode de rupture à un niveau de contrainte assez faible situé autour 70 MPa. Ce résultat peut être lié aux propriétés physiques des composites montrées au Tableau 5.1, où le taux du vide maximale à $V_f = 40\%$ est d'environ 1.7% pour UD-40 et de 0.95% pour M-40. La combinaison de fibres courtes et des fils unidirectionnels a diminué ce taux à 1.4%, pour UD100-40. À V_f élevé, le vide est principalement formé à l'interface autour des fils en raison de la pression capillaire importante à l'intérieur de ceux-ci [178]. Par conséquent, l'ajout des fibres courtes permet

d'une part de réduire la formation de vides inter-fils et d'autre part de retarder l'initiation du déchaussement des fibres, ce mode ayant lieu dans la zone inter-fils riche en résine dans le cas du UD-40.

La comparaison de l'évolution des différents modes d'endommagement pour les quatre composites présentés à la Figure 5.9 permet de conclure que l'ajout de fibres courtes a non seulement un effet significatif sur l'évolution de l'endommagement dans le matériau, mais une augmentation de leur densité surfacique augmente aussi leur effet sur le comportement en traction et sur l'évolution des modes d'endommagement. Ceci peut être observé en comparant l'évolution de ces modes à partir d'une déformation de 75% jusqu'à la rupture.

5.3.3.4 Identification des modes d'endommagement en flexion

Dans le cas du chargement en flexion des composites, la Figure 5.10 montre l'évolution de l'endommagement des composites UD-40, M-40 et UD100-40LM. Une différence significative est observée dans l'évolution des modes par rapport au chargement en traction, ce qui est confirmé par l'évolution de la courbe d'énergie cumulée. Pour tous les échantillons testés, aucune activité acoustique n'est observée au cours de la déformation élastique initiale du matériau.

Un faible nombre d'événements acoustiques attribué à la fissuration matricielle est observé à partir de 0.6% de déformation, et le nombre reste négligeable jusqu'à une déformation correspondant à environ 80% de la déformation à la rupture. Au-delà de cette valeur, les événements s'intensifient et les autres modes d'endommagement apparaissent graduellement.

Les composites UD-40 et M40 présentent une certaine similitude dans la densité des événements et l'évolution des modes d'endommagement. L'ajout des fibres courtes dans les UD est caractérisé par une diminution de la densité des événements associés à la fissuration matricielle (figure 5.10 (A1), 5.10 (B1) et 5.10 (C1)). De même, les événements acoustiques attribués aux deuxième et troisième modes d'endommagement sont concentrés tous près de la charge maximale des composites, ce qui confirme encore

une fois que l'ajout des fibres courtes de lin limite la propagation de fissures entre les fils unidirectionnels (zones riches en matrice).

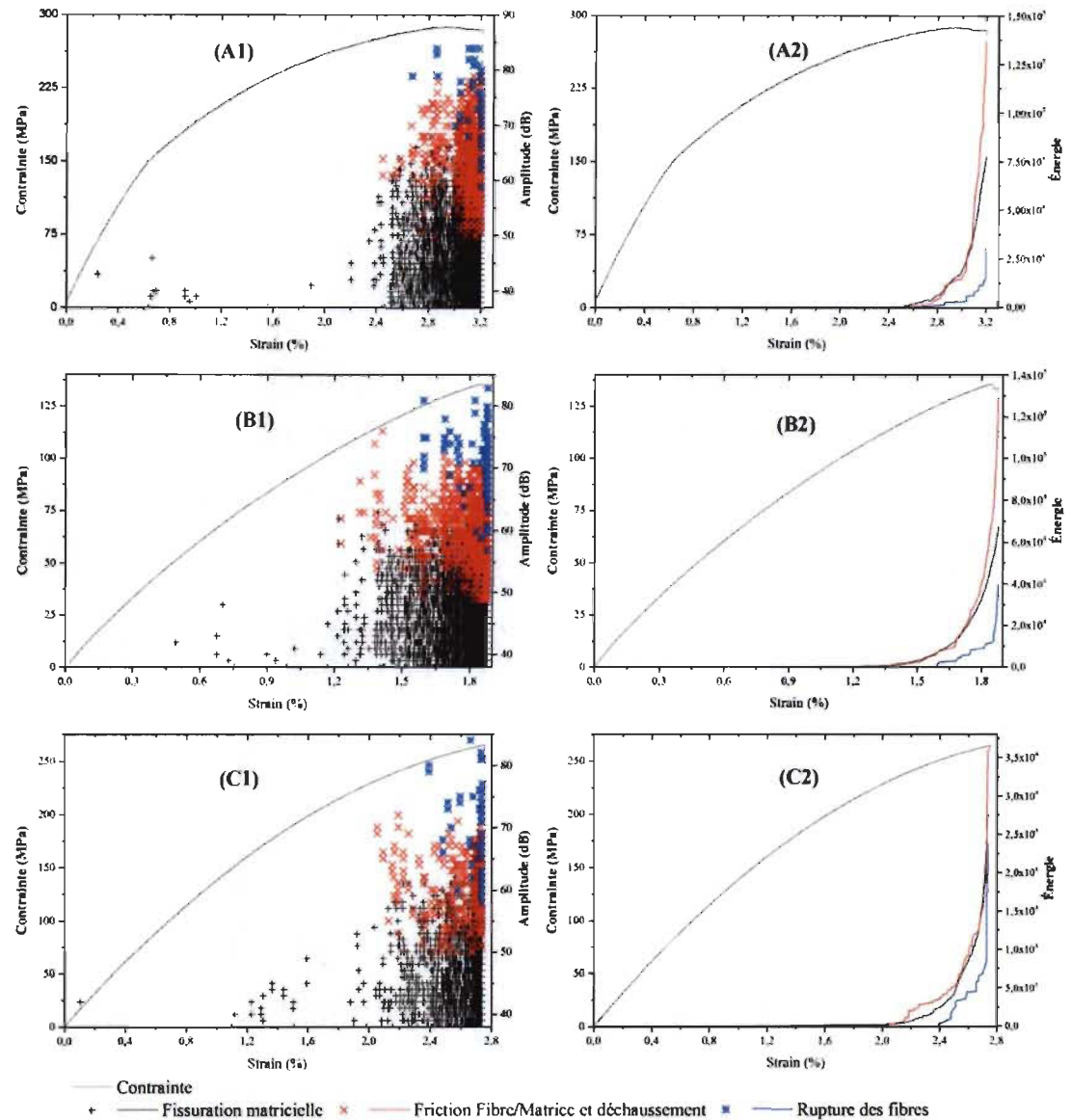


Figure 5.10: Classification des événements pour les tests de flexion des composites ; (A1 and A2) UD-40, (B1 and B2) M-40, (C1 and C2) UD100-40-LM.

5.3.3.5 Identification visuelle des divers modes d'endommagement des composites étudiés en traction

5.3.3.5.a) Analyse des surfaces de rupture

L'examen visuel des facettes de rupture en traction des composites UD / époxy (Figure 5.11 (a)) confirme les résultats ci-dessus. De manière générale on observe une surface de rupture en dents de scie, plus prononcée cependant pour le UD-40. De toute évidence la défaillance contient des fissures longitudinales correspondant au décollement fibre-matrice avec des fissures qui se propagent entre les fils de lin unidirectionnels.

Tel qu'illustré à la Figure 5.9 (a, c et d), l'ajout de fibres courtes au renfort UD joue un rôle important dans la défaillance de ces composites. Pour un mat de 100 g/m² (Figure 5.11 (b)), une diminution de la fissuration matricielle entre les fils unidirectionnels est observée, mais globalement, une surface de rupture plus nette (confinée) est obtenue avec moins de fissures se propageant dans le sens longitudinal. En augmentant la densité surfacique du mat à 200 g/m² (Figure 5.11 (c)), la rupture est encore plus nette avec pratiquement aucune fissure longitudinale. La rupture est donc fortement influencée par la quantité de fibres courtes de lin présentes dans le composite.

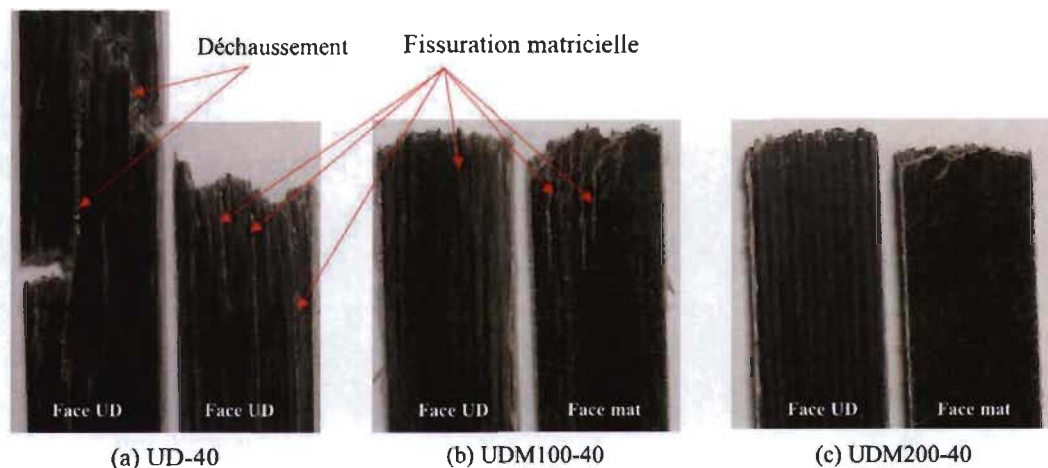


Figure 5.11: Effet de l'ajout de fibres courtes sur la surface de rupture.

5.3.3.5.b) Analyse des surfaces de rupture par image MEB

Les images MEB permettent de valider l'existence des différents modes d'endommagement selon la classification effectuée à la section précédente. La Figure 5.12 montrent bien les trois mécanismes mentionnés précédemment: fissuration matricielle, décohésion et déchaussement fibre-matrice, et rupture des fibres. Pour le composite UD-40, la facette de rupture présente une forte concentration de déchaussement, le long des fils (Figures 5.12 (a) et (b)). Cependant, la plupart des extrémités des fibres sont couvertes de résine. Ceci appuie la thèse évoquée plus haut d'une séparation fibre/matrice par déchaussement sur le pourtour des fils. Les mêmes mécanismes d'endommagement sont identifiés dans le cas du composite UDM100-40 (Figure 5.12 (c) et (d)). Cette fois-ci on observe une forte densité de fibres rompues sur l'image.

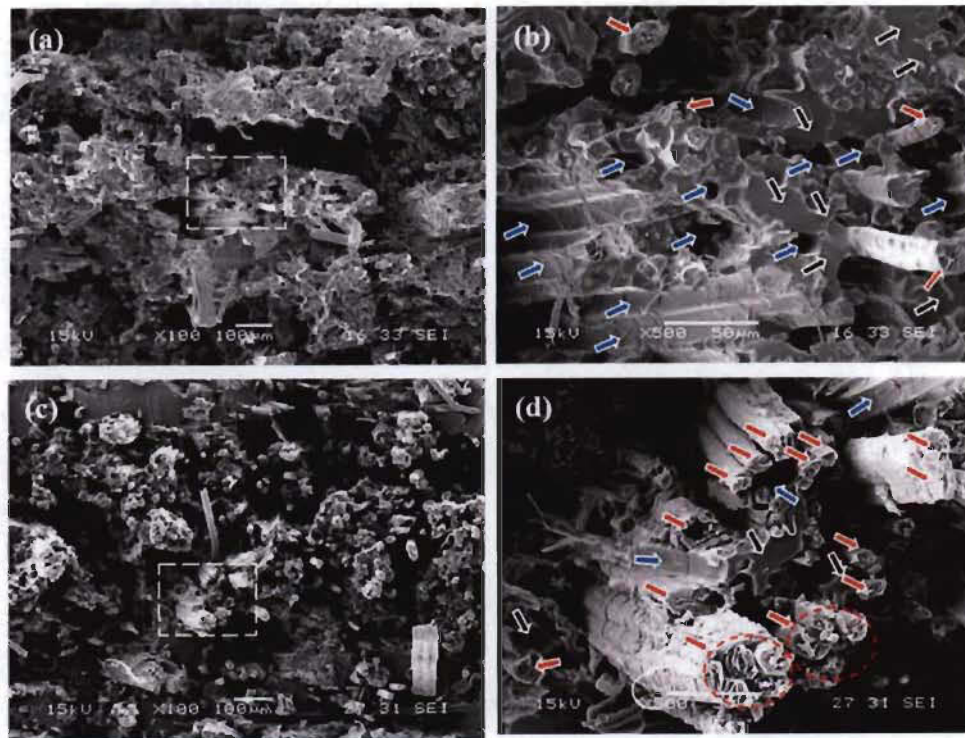


Figure 5.12 : Analyse des facettes de rupture du composite UD-40 (a et b) et UDM100-40 (c et d) par image MEB.

5.3.3.6 Contribution des différents modes d'endommagement

Comme au chapitre précédent, les coefficients DC donnant une estimation de la contribution de chaque mode d'endommagement dans les composites sont calculés et présentés à la Figure 5.13 pour la traction et la flexion.

Pour le chargement en traction (Figure 5.13 (a)), les composites UD-40 et M40 sont caractérisés par une contribution importante de la fissuration matricielle, avec un DC d'environ 82% et 58% pour chacun d'eux. Cependant, l'endommagement du composite UD-40 est caractérisé par un DC négligeable de 4% pour la rupture des fibres. Ceci traduit bien l'endommagement du matériau globalement dominé par la propagation des fissures le long des fils unidirectionnels, menant ultimement à la séparation fibre-matrice par déchaussement.

Le composite M40 est caractérisé par une contribution plus importante des second et troisième modes d'endommagement. On assiste donc à une légère augmentation de ces modes d'endommagement entre le renfort UD-40 (13% et 4%) et le renfort combiné UD100-40 (20% et 13%). Plus important encore, l'ajout des fibres courtes se traduit également par une diminution de la fissuration matricielle (de 82% à 67%), ce qui signifie que l'addition des fibres courtes de lin limite considérablement la propagation des fissures entre les fils unidirectionnels adjacents, favorisant ainsi la rupture des fibres dans le cas du composites UD100-40.

Pour le chargement en flexion (Figure 5.13(b)), les composites UD-40 et M40 sont à nouveau caractérisés par une domination de la friction fibre/matrice et du déchaussement. Ces observations sont également valables pour le composites UD100-40. Cependant, la contribution du second mode est réduite de 56% pour le UD-40 à 40% pour le UD100-40. Cette diminution est également accompagnée d'une augmentation significative du troisième mode (rupture de fibre), de 12% pour le UD-40 à 27% pour le UD100-40. Cette augmentation correspond à la configuration LM avec les fibres UD orientées longitudinalement pour la couche inférieure (figure 5.4 (1)). La présence des mats augmente la proportion de rupture de fibre dans les couches UD. L'effet des fibres courtes

de lin pour un chargement en flexion est similaire à celle en traction : dans les deux cas elle limite la propagation des fissures entre les fils adjacents.

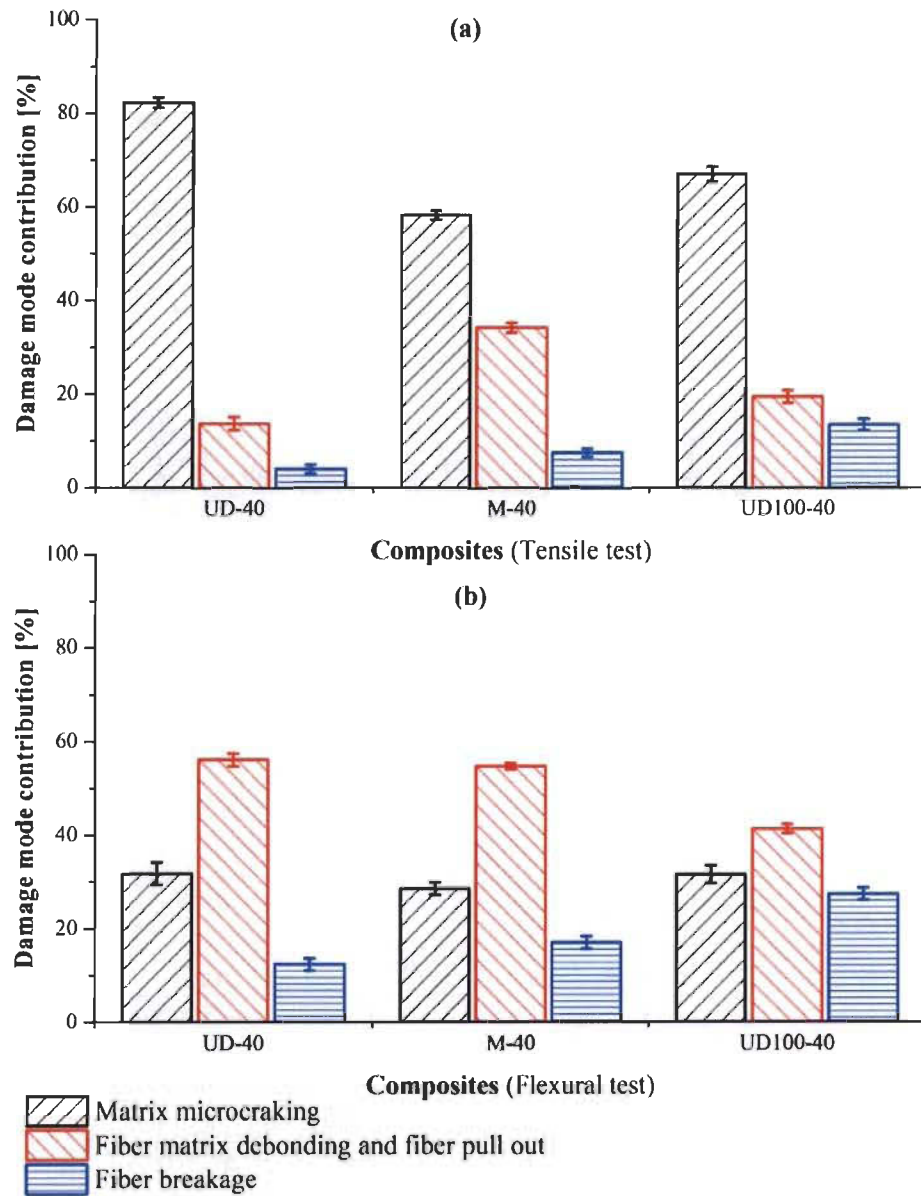


Figure 5.13: Contribution des modes d'endommagement (DC) pour les tests; (a) de traction et (b) de flexion.

5.4 Conclusions

L'utilisation des fibres courtes de lin comme liant pour les fils de lin unidirectionnels a mis en évidence plusieurs avantages et inconvénients de la combinaison de deux renforts.

D'un point de vue structurel, l'utilisation des fibres courtes comme liant fournit l'adhérence nécessaire entre les fils unidirectionnels pour faciliter la manipulation du renfort avant le moulage (manipulation à sec, découpe et conformation dans le moule sans qu'il y ait détachement des fils). Dans ce contexte, cette solution peut être considérée comme une alternative aux techniques classiques de tissage ou de fils cousus principalement utilisés pour assembler les fils dans la fabrication des renforts à fibres naturelles.

La comparaison des perméabilités des mats, mesurées au chapitre 4, avec les perméabilités des renforts unidirectionnels, mesurées dans le présent chapitre, a montré une différence significative. Les renforts unidirectionnels sont caractérisés par une perméabilité supérieure à celle des mats. Celle-ci est cependant réduite pour tous les V_f lorsqu'il y a présence de fibres courtes, réduction plus importante lorsque la densité surfacique du mat liant augmente.

D'autre part, l'addition de fibres courtes de lin réduit significativement la variabilité des propriétés mécaniques mesurées, quel que soit le mode de sollicitation du composite. La présence des fibres courtes du mat est avantageuse pour les propriétés transversales du composite UD-mat, puisqu'une augmentation significative du module et de la contrainte maximale dans le sens transversal fut obtenue.

L'analyse de l'évolution de l'endommagement des composites a montré un effet significatif de la présence des fibres courtes sur l'endommagement final du composite. Cela s'est traduit par un effet positif sur la rupture des échantillons testés, qui fut progressivement transformée d'une rupture catastrophique à une rupture nette et confinée lorsqu'il y a présence d'un mat dans le renfort UD. La présence des fibres courtes contribue à diminuer la taille et le nombre de fissures se propageant entre les fils UD parallèlement à la direction du chargement

Finalement, en tenant compte de toutes les observations et des résultats obtenus, une configuration optimale des renforts étudiés doit être basée sur l'utilisation d'une faible densité surfacique des fibres courtes (100 g/m^2 ou moins) pour minimiser leur impact sur les propriétés longitudinales tout en conservant les avantages qu'ils procurent en termes de faible variabilité des propriétés et d'amélioration des propriétés transversales du composite UD.

Chapitre VI : Conclusions

6.1 Résumé des résultats importants

6.1.1 Renfort UD lin/papier

L'objectif du travail effectué au chapitre III est d'optimiser la perméabilité du renfort UD lin/papier. La première partie du travail a été concentrée sur l'optimisation de la perméabilité de la couche papier, qui se présente comme le composant le moins perméable dans le renfort global. La méthode utilisée pour satisfaire cet objectif est d'ajouter des fibres courtes de lin (5 ou 10 mm) aux fibres Kraft dans le papier.

Les tests de caractérisation effectués sur le papier ont démontré un effet significatif de la présence des fibres courtes de lin sur la microstructure du réseau fibreux du papier. Une structure plus poreuse est obtenue avec la fraction massique de fibre de lin la plus élevée et une densité surfacique du papier la plus faible.

Les tests de perméabilité effectués sur les différents types de papiers ont montré une augmentation de la perméabilité allant de pair avec une microstructure plus poreuse du réseau fibreux. D'autre part, les essais de perméabilité effectués sur le renfort global UD-lin/papier ont montré l'importance de la perméabilité de la couche papier sur la perméabilité globale ainsi que sur l'état d'imprégnation du renfort. Une analyse PCA a démontré une forte corrélation entre les variables manipulées de la couche papier et la perméabilité globale. Les résultats confirment que les propriétés du papier affectent sa perméabilité de la même manière qu'ils affectent la perméabilité du renfort.

Les résultats obtenus suggèrent que pour obtenir une perméabilité optimale du renfort, la couche de papier utilisée doit être faite avec une faible densité surfacique, une forte proportion de fibres courtes de lin d'une longueur de 10 mm ou plus. Dans ce contexte, deux modèles linéaires ont été proposés afin de modéliser l'effet des perméabilités des couches individuelles sur la perméabilité globale du renfort. La bonne reproduction des résultats expérimentaux par les deux modèles obtenus a permis d'utiliser ces derniers pour

prédire la perméabilité pour différentes orientations du papier. Cette prédiction a été utilisée afin de déduire l'influence des propriétés du papier sur la forme du front d'écoulement ainsi que sur l'état d'imprégnation du renfort. Ces prédictions montrent d'une part un changement significatif de la forme du front d'écoulement selon l'orientation du papier et d'autre part une nouvelle utilité du papier liant du renfort qui pourrait servir à définir un état d'imprégnation souhaité selon les dimensions de la pièce à fabriquer.

6.1.2 Renfort mat en fibres courtes de lin

L'idée générale du travail effectué au chapitre IV découle principalement de celui du chapitre III. De fait, l'utilisation d'une fraction massique de 75% en fibres courtes de lin dans le papier a mis en lumière la possibilité d'utiliser un procédé papetier pour fabriquer des mats 100% lin pouvant aussi être utilisés comme liant au renfort lin UD-papier en remplaçant la couche de papier Kraft par une couche de mat de lin. La méthode de fabrication du papier a été conservée pour les mats, en adaptant seulement la consistance de la suspension de fibres courtes de lin à une consistance adéquate.

Des mats de différentes densités surfaciques et longueur de fibres ont fait l'objet d'études expérimentales. L'analyse de la porosité des mats a démontré une relation entre la densité surfacique, la longueur des fibres et la distribution de la taille des pores. En particulier, pour une même densité surfacique et fraction volumique de fibres, les mats fabriqués avec des fibres plus longues sont caractérisés par une porosité plus élevée. D'autre part, une augmentation de la densité surfacique est accompagnée par une augmentation de la capacité à former des pores dans l'épaisseur de la feuille. L'augmentation de la densité surfacique augmente le nombre de fibres par unité de surface et réduit l'espace libre entre les fibres, ce qui donne un réseau fibreux plus dense avec une porosité plus faible. Pour une densité surfacique donnée, une augmentation de la longueur de fibre diminue le nombre total de fibres de sorte que la taille des pores augmente.

Les mesures de perméabilité effectuées sur les mats ont permis de conclure que celle-ci varie selon une loi exponentielle en fonction de V_f . Pour un même V_f , un mat à 50 g/m² est caractérisé par une perméabilité supérieure à celle d'un autre à 100 g/m². Cette tendance se poursuit pour les densités surfaciques plus élevées. En outre, il a été validé qu'une augmentation de la longueur des fibres augmente également la perméabilité dans le plan du mat. Ceci est cohérent avec l'évolution des distributions de la taille des pores et de la porosité du mat.

L'étude des écoulements capillaires a montré qu'une augmentation de la densité surfacique engendre une diminution de la taille des pores à l'intérieur du mat. Dans ce contexte, augmenter la densité surfacique augmente l'effet des forces capillaires au détriment des forces visqueuses, ce qui influence significativement la vitesse d'écoulement du fluide dans le mat.

L'étude du comportement mécanique en traction et en flexion des composites mat/ époxy, pour des fractions volumiques variables, a pour sa part démontré que les propriétés mécaniques optimales sont obtenues à un $V_f = 40\%$. Au-dessus de cette valeur, les propriétés commencent à diminuer. L'émission acoustique a été utilisée afin d'analyser l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la fraction volumique de fibres. Elle a révélé que la baisse des propriétés à $V_f = 40\%$ est attribuable à une mauvaise adhérence fibre-matrice, ce qui se traduit par une domination du mode d'endommagement « friction fibre-matrice et déchaussement », pour les deux types d'essais (traction et flexion).

En ce qui a trait à la modélisation du comportement mécanique des composites, les modèles Cox-Krenchel pour la prédiction des modules et Kelly-Tyson pour la prédiction des contraintes ont donné un résultat comparable à celui obtenu expérimentalement, pour des fractions volumiques de fibres de moins de 40%. Les prédictions surestimées pour une fraction volumique élevée peuvent être attribuées à des phénomènes autres qu'une distribution de longueurs des fibres. En fait, une hypothèse fondamentale des modèles micromécaniques est que toutes les fibres possèdent une même géométrie, des propriétés identiques, une répartition homogène et uniforme dans la matrice, une interface fibre / matrice idéale et aucun

effet de porosité sur les propriétés des composites [48, 169]. Ceci n'est certainement pas le cas pour le composite lin-époxy étudié ici, ce qui explique sans doute la différence entre les propriétés expérimentales et prédites.

6.1.3 Renfort UD lin/mat lin

Au chapitre V, les mats fabriqués au chapitre IV ont été proposés comme alternative aux fibres de Kraft pour fabriquer un nouveau renfort UD lin/Mat lin.

L'utilisation des fibres courtes de lin comme liant pour les fils de lin unidirectionnels peut être considérée comme une alternative intéressante pour assembler les fils comparativement aux techniques classiques utilisées dans le domaine de la fabrication des renforts à fibres naturelles, comme le tissage ou la couture. Ce chapitre a mis en évidence plusieurs avantages et inconvénients de la combinaison des renforts UD et mat. En ce qui a trait à la perméabilité, les renforts UD-lin sont caractérisés par une perméabilité supérieure à celle des renforts UD lin/mat lin peu importe V_f . D'autre part, la combinaison des fibres unidirectionnelles et courtes de lin réduit significativement la variabilité des propriétés mécaniques mesurées, quel que soit le mode de sollicitation du composite. La présence des fibres courtes dans l'échantillon devient avantageuse en ce qui concerne les propriétés mécanique transversales du composite. En effet une augmentation significative du module et de la contrainte maximale dans le sens transversal ont été observées.

L'analyse de l'évolution de l'endommagement dans les composites fabriqués a montré un effet significatif de la présence des fibres courtes sur l'endommagement final du matériau testé. La rupture des échantillons testés passe progressivement d'une rupture catastrophique (en dents de scie) à une rupture nette confinée. Les fibres courtes contribuent à diminuer les fissures matricielles formées parallèlement à la direction du chargement et le déchaussement longitudinal des fibres.

En tenant compte de toutes les observations et résultats obtenus, une configuration optimale des renforts étudiés doit être basée sur l'utilisation d'une faible densité surfacique des fibres courtes (100 g/m² ou moins). On peut ainsi réduire la variabilité et améliorer les

propriétés transversales tout en diminuant l'impact négatif sur les propriétés longitudinales.

6.2 Comparaison des propriétés obtenues

6.2.1 Composites mat/époxy

Les propriétés mécaniques des composites mats/époxy sont présentées au Tableau 6.1. Ces propriétés sont comparées à celle de composites à renforts mats en fibre de verre, présentées dans la Figure 6.1 (PBCSM : Powder-bonded chopped-strand mat et CFM : Continuous-filament mat), étudiés par Wang et al [184].

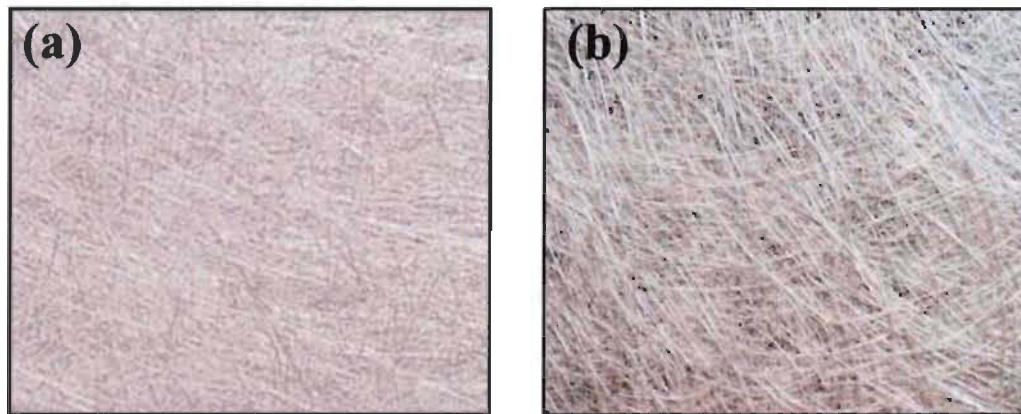


Figure 6.1 : Renfort à fibre de verre; (a) PBCSM et (b) CFM.

Les mats à fibres courtes de lin montrent des modules en traction comparables au renfort PBCSM à $V_f = 30\%$. La contrainte maximale obtenue est inférieure de 33%, ce qui peut être expliqué par la différence significative des résistances propres aux fibres. Pour une même fraction volumique de fibres, le PBCSM est caractérisé par des propriétés en flexion supérieures. D'autre part, la comparaison avec le renfort CFM montre des propriétés en

traction comparables à un V_f de 15%. En flexion, seule la contrainte maximale est significativement supérieure.

Tableau 6.1: Comparaison des propriétés mécaniques en traction.

	Traction			Flexion	
	V_f	E	σ	E	σ
	[%]	[GPa]	[MPa]	[GPa]	[MPa]
M20	20	7.68 ± 0.26	90.40 ± 3.09	6.37 ± 0.26	78.55 ± 3.06
M30	30	9.86 ± 0.29	98.29 ± 3.05	7.54 ± 0.45	93.61 ± 4.05
M40	40	10.95 ± 0.38	107.62 ± 2.89	8.19 ± 0.10	115.39 ± 1.12
PBCSM	29.1	11.4 ± 2.6	150 ± 5	10.4	291 ± 6.2
CFM	15	7.8 ± 3	81 ± 4.7	6.4	174

En prenant en considération la différence entre les densités volumiques des fibres de lin et de verre, les propriétés spécifiques peuvent être comparées. Ces dernières sont présentées au Tableau 6.2.

Tableau 6.2: Comparaison des propriétés spécifiques en traction.

	Traction			Flexion	
	V_f	E_{spec}	σ_{spec}	E_{spec}	σ_{spec}
	[%]	[GPa/(kg/m ³)]	[MPa/(kg/m ³)]	[GPa/(kg/m ³)]	[MPa/(kg/m ³)]
M20	20	5.48	62.34	4.39	54.17
M30	30	7.04	67.78	5.2	64.55
M40	40	7.55	74.22	5.64	79.57
PBCSM	29.1	4.48	59.09	4.09	114.56
CFM	15	3.07	31.88	2.51	68.50

Les résultats montrent des modules spécifiques supérieurs pour les composites mat/époxy, tant pour le chargement en traction qu'en flexion. Les résistances spécifiques en traction pour ces derniers sont aussi supérieures. Les composites à fibres de verre sont cependant caractérisés par des résistances en flexion largement supérieures.

De par la différence significative des densités volumiques, à propriété spécifiques supérieures une diminution de poids peut être envisagée avec les composites mat/époxy pour des pièces fabriquées à la même fraction volumique de fibres. Vu le prix compétitif des fibres de lin, ces renforts peuvent constituer une alternative des plus intéressante face aux mats à fibres de verre.

6.2.2 Composites UD/époxy et UD/mat lin/époxy

Avant de faire une comparaison de ces renforts et composites avec d'autres fabriqués avec des fibres de verre, il s'avère d'abord nécessaire de les comparer avec des renforts de même type de fibre.

Les propriétés en traction tirées de la littérature sont regroupées dans le Tableau 6.3. Ce tableau montre des modules et résistances de composites à fibres de lin supérieurs à ceux de la littérature, à l'exception du composite UDM200 qui se trouve parfois légèrement inférieur.

La comparaison des composites à fibres de lin du présent travail avec ceux à fibres de verre est illustrée au Tableau 6.4. Les composites à fibres de lin sont notamment d'une densité inférieure de 33% à celle des composites à fibres de verre. Les modules spécifiques en traction des composites de lin sont supérieurs mais les contraintes spécifiques légèrement inférieures. Des propriétés spécifiques avantageuses rendent concurrentiels les composites proposés dans ce travail, ce qui est renforcé par les avantages en matière de poids et de coût.

Tableau 6.3 : Comparaison des renforts à fibres naturelles.

Matériau	Vf (%)	Module d'Young (GPa)	Résistance (MPa)	Réf
Époxy/Lin (UD)	20	16.7 ± 3.7	127 ± 14	[185]
Époxy/Lin (UD)	40	22.5 ± 1.5	328 ± 18	[185]
Polyester/Lin (UD)	40	19.5 ± 0.3	199 ± 21	[185]
Acrodur/Lin (UD)	35	18 ± 1	96.0 ± 11	[186]
Époxy/Lin (UD)	32	15.0 ± 2.7	210 ± 25	[187]
Époxy/Lin (UD)	44	26.3	259	[188]
Époxy/Lin (UD)	40	5.8	71.20	[189]
Époxy/Lin (UD)	27	14.2 ± 0.3	163 ± 3	[178]
Époxy/Lin (UD)	45	7.97 ± 0.32	92.61 ± 1.6	[190]
Époxy/Lin (UD)	65	33.6 ± 4.1	353 ± 12	[191]
Époxy/Lin (UD)	48	32 ± 1	268 ± 26	[192]
Époxy/Lin (UD)	33.5	15.97 ± 1.3	153.6 ± 15	[193]
Époxy/Lin (UD)	20	16.7 ± 3.7	127 ± 14	[194]
Époxy/Lin (UD)	28	15	160	[195]
Époxy/Lin (UD)	46	35	280	[179]
Époxy/Lin (UD)	31	15	160	[195]
Époxy/Lin (UD)	45	28	133	[196]
Époxy/Lin (UD)	37	15	132	[197]
Époxy/Lin (Tissu)	50	10	104	[198]
UD	20	17.30 ± 2.59	202.87 ± 20.13	
UDM100	20	15.09 ± 1.08	191.25 ± 12.95	
UDM200	20	13.38 ± 0.52	168.49 ± 7.29	
UD	30	24.81 ± 2.92	268.11 ± 19.07	
UDM100	30	20.67 ± 1.19	234.56 ± 9.33	
UDM200	30	17.91 ± 0.72	209.56 ± 8.22	
UD	40	30.24 ± 2.83	329.23	
UDM100	40	25.92 ± 1.05	292.37 ± 8.36	
UDM200	40	21.54 ± 0.85	257.12 ± 7.56	

Tableau 6.4 : Comparaison avec les composites à fibres de verre.

	UD / Époxy	UDM100 / Époxy	UDM200 / Époxy	UD E-verre / Époxy [178]
V_f (%)	40,94	40,04	40,51	42,6
Densité du composite (g/cm^3)	1,26	1,27	1,27	1,89
Module (GPa)	30,24	25,92	21,54	34
Module Spécifique (GPa)	20,85	17,87	14,85	13,6
Contrainte (MPa)	329,23	292,37	257,12	705,7
Contrainte Spécifique (MPa)	227,05	201,63	177,32	282,28

6.2 Travaux futurs

Les propriétés mécaniques des composites fabriqués ont montré un excellent potentiel face aux composites traditionnels à fibre de verre et face à d'autres types de renforts à fibres naturelles commerciaux.

Afin de s'assurer de l'efficacité de ces composites pour une application réelle, il semble important de les caractériser en fatigue, ce qui permettra de simuler leur comportement dans des conditions d'utilisation réelles.

D'autre part, l'industrie des composites regroupe plusieurs secteurs, notamment la construction, le transport, l'aérospatial, l'énergie renouvelable et la marine. Il sera nécessaire de se conformer aux besoins de ces marchés en développant des structures en composites adaptés à chaque domaine d'activité. Par exemple, des structures sandwichs, montrées sur la Figure 6.2, ont été fabriquées au LMEM avec les deux types de renforts (Mat et UD/Mat). Leur caractérisation expérimentale devra faire l'objet de travaux futurs.

Finalement, dans le contexte d'une demande croissante pour ce type de matériaux, les renforts étudiés dans ce travail de recherche pourraient être obtenus d'un système de fabrication en continu. Ce système permettrait de remplacer le système de fabrication actuel qui n'est adapté qu'à l'échelle laboratoire pour fabriquer de petites pièces en petite série.

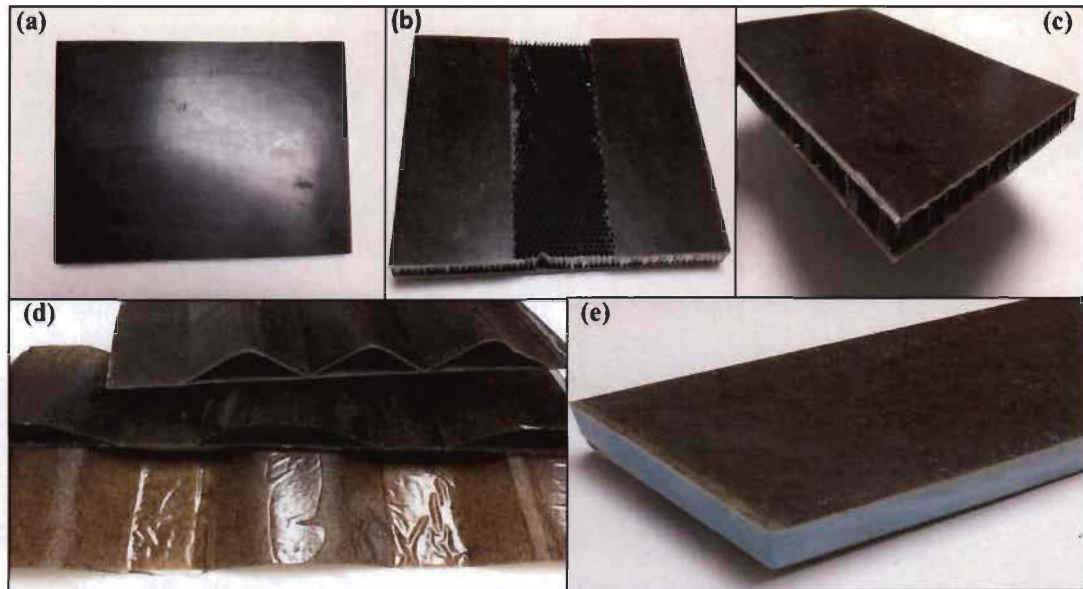


Figure 6.2 : Exemples de structures en composites utilisant les renforts développés dans cette thèse : (a et b) composites sandwichs en nid d'abeille d'aluminium; (c) composites sandwichs en nid d'abeille de carton; (d) panneaux ondulés en composites Mat/époxy et UD-Mat/époxy; (e) composite avec cœur en styromousse.

Références

- [1] D. Brigante, *New Composite Materials: Selection, Design, and Application*, 2014.
- [2] M. Amar, M. Manjusri, and D. Lawrence, *Natural Fibers, Biopolymers, And Biocomposites*: CRC Taylor & Francis, 2005.
- [3] S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, and S. Arora, "Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites?," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, pp. 371-376, 3// 2004.
- [4] P. Wambua, J. Ivens, and I. Verpoest, "Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?," *Composites Science and Technology*, vol. Volume 63, Issue 9, pp. 1259–1264, July 2003.
- [5] K. Oksman, M. Skrifvars, and J. F. Selin, "Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1317-1324, 7// 2003.
- [6] J.-L. Wertz, "Les biocomposites et composites polymère-chanvre en particulier," 2014.
- [7] S. Mazumdar, *Composites Manufacturing: Materials, Product, and Process Engineering*: CRC Press LLC, 2002.
- [8] F. C. Campbell, *Structural Composite Materials*: ASM International, 2010.
- [9] S. V. Hoa, *Principles of the Manufacturing of Composite Materials*: DEStech Publications, Incorporated, 2009.
- [10] I. Pratik, "Composite from natural fibers," UMI2008.
- [11] M. S. Suresh Advani, *Process modeling in composites manufacturing*. USA.
- [12] S. Kalia, A. Dufresne, and B. Cherian, "Cellulose-Based Bio- and Nanocomposites: A Review," *International Journal of Polymer Science*, p. 35, 2011.
- [13] S. C. Amico, "Permeability and capillary pressure in the infiltration of fibrous porous media in resin transfer moulding," University of Surrey, 2000.
- [14] Y. Ledru, "Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques," 2009.

- [15] R. Gantois, "Contribution à la modélisation de l'écoulement de résine dans les procédés de moulage des composites par voie liquide," Toulouse 3, 2012.
- [16] L. El Hadji Babacar, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," Institut National Polytechnique de Grenoble, 2008.
- [17] S. Liang, P. B. Gning, and L. Guillaumat, "A comparative study of fatigue behaviour of flax/epoxy and glass/epoxy composites," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 72, pp. 535–543, 2012.
- [18] D. U. Shah, P. J. Schubel, and M. J. Clifford, "Can flax replace E-glass in structural composites? A small wind turbine blade case study," *Composites Part B: Engineering*, vol. 52, pp. 172-181, 2013.
- [19] M. Zampaloni, F. Pourboghrat, and S. A. Yankovich, "Kenaf natural fiber reinforced polypropylene composites: A discussion on manufacturing problems and solutions," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, pp. 1569–1580, 2007.
- [20] A. Leao, R. Rowell, and N. Tavares, "Applications of natural fibres in automotive industry in Brazil-thermoforming process," *4th International conference on frontiers of polymers and advanced materials conference proceedings, Plenum press, Cairo, Egypt*, pp. 755–760, 1997.
- [21] H. Larbig, H. Scherzer, B. Dahlke, and R. Poltrock, "Natural fibre reinforced foams based on renewable resources for automotive interior applications," *Journal of Cellular Plastics* vol. 34, pp. 361–379, 1998.
- [22] U. Riedel and J. Nickel, "Natural fibre-reinforced biopolymers as construction materials-new discoveries," *Angewandte Makromolekulare Chemie*, pp. 34-40, 1999.
- [23] J. Summerscales, N. Dissanayake, A. Virk, and W. Hall, "A review of bast fibres and their composites. Part 2—Composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, pp. 1336-1344, 2010.
- [24] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, and M. Trada, "A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 42, pp. 856-873, 2011.
- [25] M. Miao and N. Finn, "Conversion of natural fibres into structural composites," *Journal of Textile Engineering*, vol. 54, pp. 165-177, 2008.

- [26] M. Carus and C. Gahle, "Natural fibre reinforced plastics—material with future," *Huerth: nova-Institut GmbH*, 2008.
- [27] A. K. Bledzki and J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Progress in Polymer Science*, vol. 24, pp. 221–274, May 1999.
- [28] S. Mishra, A. Mohanty, L. Drzal, M. Misra, and G. Hinrichsen, "A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 289, pp. 955–974, 2004.
- [29] A. Hassan, A. A. Salema, F. N. Ani, and A. A. Bakar, "A review on oil palm empty fruit bunch fiber-reinforced polymer composite materials," *Polymer Composites*, vol. 31, pp. 2079–2101, 2010.
- [30] P. Ouagne, D. Soulat, G. Hivet, S. Allaoui, and D. Duriatti, "Analysis of defects during the preforming of a woven flax reinforcement," *Advanced Composites Letters*, pp. 105–108, 2011.
- [31] P. Ouagne, D. Soulat, C. Tephany, J. Moothoo, S. Allaoui, G. Hivet, *et al.*, "Complex Shape Forming of Flax Based Woven Fabrics-Analysis of the Yarn Tensile Strain during the Process," in *Key Engineering Materials*, 2012, pp. 231–236.
- [32] D. Shah, P. Schubel, P. Licence, and M. Clifford, "Hydroxyethylcellulose surface treatment of natural fibres: the new 'twist' in yarn preparation and optimization for composites applicability," *Journal of Materials Science*, vol. 47, pp. 2700–2711, 2012/03/01 2012.
- [33] K. M. M. Rao, "Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo," *Composite Structures*, pp. 288–295, February 2007.
- [34] N. Sgriecchia, M. C. Hawley, and M. Misra, "Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, pp. 1632–1637, 2008.
- [35] H. L. Bos, *The potential of flax fibres as reinforcement for composite materials*: Technische Universiteit Eindhoven, 2004.
- [36] P. J. Herrera-Franco and A. Valadez-González, "A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 36, pp. 597–608
December 2005.

- [37] F. M. B. Coutinho, T. H. S. Costa, and D. L. Carvalho, "Polypropylene-wood fiber composites: effect of treatment and mixing conditions on mechanical properties," *J Appl Polym Sci*, vol. 65, pp. 1227–1235, 1997.
- [38] J. George, M. S. Sreekala, and S. Thomas, "A review on interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites," *Polym Eng Sci*, vol. 41, pp. 1471–1485, 2001.
- [39] F. G. Torres and M. L. Cubillas, "Study of the interfacial properties of natural fibre reinforced polyethylene," *Polymer Testing*, vol. 24, pp. 694–698, September 2005.
- [40] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, and M. Skrifvars, "Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications," *Applied Composite Materials*, vol. 13, pp. 199–215, July 2006.
- [41] M. Ashby, "The CES EduPack database of natural and man-made materials," ed: Granta Material Inspiration-Bioengineering, 2008.
- [42] M. Lewin, *Handbook of fiber chemistry*: Crc Press, 2006.
- [43] A. Céline, S. Freour, F. Jacquemin, and P. Casari, "The hygroscopic behavior of plant fibres: a review," *Frontiers in Chemistry*, vol. 1, 2014-January-24 2014.
- [44] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Breard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites," *Composites Part A*, vol. 38, pp. 1912–1921, 2007.
- [45] V. Placet, F. Trivaudey, O. Cisse, V. Gucheret-Retel, and M. L. Boubakar, "Diameter dependence of the apparent tensile modulus of hemp fibres: A morphological, structural or ultrastructural effect?," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, pp. 275–287, 2012.
- [46] B. Lamy and C. Baley, "Stiffness prediction of flax fibers-epoxy composite materials," *Journal of materials science letters*, vol. 19, pp. 979–980, 2000.
- [47] D. B. Dittenber and H. V. GangaRao, "Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 43, pp. 1419–1429, 2012.
- [48] D. U. Shah, "Developing plant fibre composites for structural applications by optimising composite parameters: a critical review," *Journal of Materials Science*, vol. 48, pp. 6083–6107, 2013.

- [49] J. Zhu, H. Zhu, J. Njuguna, and H. Abhyankar, "Recent Development of Flax Fibres and Their Reinforced Composites Based on Different Polymeric Matrices," *Materials* vol. 6, pp. 5171-5198, 2013.
- [50] Charlet, K. Jernot, J. P. Eve, S. Gomina, and J. M.Bréard, "Multi-scale morphological characterisation of flax: From the stem to the fibrils.," *Carbohydr. Polym.* , vol. 82, pp. 54–61, 2012.
- [51] H. L. Bos, M. J. A. v. d. Oever, and O. C. J. J. Peters, "Tensile and compressive properties of flax fibres for natural fibre reinforced composites," *J. Mater. Sci.* , vol. 37 2002.
- [52] K. Charlet, "Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin: relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques," Université de Caen/Basse-Normandie, 2008.
- [53] H. L. Bos., "The Potential of Flax Fibres as Reinforcement for Composite Materials," 2004.
- [54] H. L. Bos and A. M. Donald, "In situ ESEM study of the deformation of elementary flax fibres," *Journal of Materials Science*, vol. 34, pp. 3029-3034, 1999/07/01 1999.
- [55] C. Baley, "Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pp. 939-948, 7/1/ 2002.
- [56] J. Andersons, E. Spārniņš, R. Joffe, and L. Wallström, "Strength distribution of elementary flax fibres," *Composites Science and Technology*, vol. 65, pp. 693-702, 3// 2005.
- [57] I. Pillin, A. Kervoelen, A. Bourmaud, J. Goimard, N. Montrelay, and C. Baley, "Could oleaginous flax fibers be used as reinforcement for polymers?," *Industrial Crops and Products*, vol. 34, pp. 1556-1563, 11// 2011.
- [58] N. M. Barkoula, S. K. Garkhail, and T. Peijs, "Biodegradable composites based on flax/polyhydroxybutyrate and its copolymer with hydroxyvalerate," *Ind Crops Prod*, vol. 31, pp. 34–42, 2010.
- [59] J. Modniks and J. Andersons, "Modeling elastic properties of short flax fibre-reinforced composites by orientation," *Comput Mater Sci*, vol. 50, pp. 595–599, 2010.

- [60] L. Yan, N. Chouw, and K. Jayaraman, "Flax fibre and its composites – A review," *Composites Part B: Engineering*, vol. 56, pp. 296-317, 2014.
- [61] M. P. Ho, H. Wang, J. H. Lee, C. J. Ho, K. T. Lau, and J. S. Leng, "Critical factors on manufacturing processes of natural fibre composites," *Composites Part B: Engineering*, 2011.
- [62] B. A. Muralidhar, "Study of flax hybrid preforms reinforced epoxy composites," *Materials & Design*, pp. 835-840, 2013.
- [63] K. Oksman, "High quality flax fibre composites manufactured by the resin transfer moulding process," *J Reinf Plastic Comp*, vol. 20, pp. 621–627, 2001.
- [64] T. C. T. I. Van de Weyenberg, B. Vangrimde, I. Verpoest, "Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment," *Composites Part A*, vol. 37, pp. 1368–1376, 2006.
- [65] Q. Liu and M. Hughes, "The fracture behaviour and toughness of woven flax fibre reinforced epoxy composites," *Composites Part A*, vol. 39, pp. 1644–1652, 2008.
- [66] B. A. Muralidhar, "Tensile and compressive behaviour of multilayer flax-rib knitted preform reinforced epoxy composites," *Mater. Des.*, vol. 49, pp. 400–405, 2013.
- [67] I. V. d. Weyenberg, T. C. Truong, B. Vangrimde, and I. Verpoest, "Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment," *Composites Part A*, vol. 37, pp. 1368–1376, 2006.
- [68] M. Hughes, J. Carpenter, and C. J. Hill, "Deformation and fracture behaviour of flax fiber reinforced thermosetting polymer matrix composites," *Mater. Sci.*, vol. 42, pp. 2499–2511, 2007.
- [69] B. A. Muralidhar, "Study of flax hybrid preforms reinforced epoxy composites," *Mater. Des.*, vol. 52, pp. 835–840, 2013.
- [70] B. A. Muralidhar, "Tensile and compressive properties of flax-plain weave preform reinforced epoxy composites," *J. Reinf. Plast. Compos.*, vol. 32, pp. 207–213., 2013.
- [71] D. Shah, P. J. Schubel, M. J. Clifford, and P. Licence, "Mechanical characterization of vacuum infused thermoset matrix composites reinforced with aligned hydroxyethylcellulose sized plant bast fibre yarns," in *4th International Conference on Sustainable Materials, Polymers and Composites*, 2011, pp. 6-7.

- [72] J. Baets, D. Plastria, J. Ivens, and I. Verpoest, "Determination of the optimal flax fibre preparation for use in UD flax-epoxy composites," *status: published*, 2011.
- [73] S. Goutianos and T. Peijs, "The optimisation of flax fibre yarns for the development of high-performance natural fibre composites," *Advanced Composites Letters*, vol. 12, pp. 237-241, 2003.
- [74] E. Arnold, B. Weager, H. Hoydonckx, and B. Madsen, "Next generation sustainable composites: Development and processing of furan-flax biocomposites," in *17th international conference on composite materials*, 2009, pp. 27-31.
- [75] L. Gilbert, C. Adrien, and L. Luc, "Tensile and impregnation behavior of unidirectional hemp/paper/epoxy and flax/paper/epoxy composites," *Composite Structures*, vol. 103, pp. 151–160, September 2013.
- [76] *Polymer Composites in the Aerospace Industry*. United Kingdom: Woodhead Publishing, 2015.
- [77] J. H. S. Charles E. Harris, and Mark J. Shuart, "Design and manufacturing of aerospace composite structures: state-of-the-art assessment," *Journal of Aircraft*, vol. 39, pp. 545-560., 2002.
- [78] T. Centea, "Material - Processing - Quality Relationships During the Consolidation of Out-of-Autoclave Prepreg," Department of Mechanical Engineering, McGill University, 2013.
- [79] S. Bickerton, E. M. Sozer, P. J. Graham, and S. G. Advani, "Fabric structure and mold curvature effects on preform permeability and mold filling in the RTM process. Part I. Experiments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 423-438, 5/1/ 2000.
- [80] J. R. Vinson and R. L. Sierakowski, *The Behavior of Structures Composed of Composite Materials*: Springer Netherlands, 2002.
- [81] G. Francucci, A. Vázquez, and E. S. Rodríguez, "Key differences on the compaction response of natural and glass fiber preforms in liquid composite molding," *Textile Research Journal*, vol. 82, pp. 1774-1785, October 1, 2012 2012.
- [82] G. Francucci, E. S. Rodríguez, and A. Vázquez, "Study of saturated and unsaturated permeability in natural fiber fabrics," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, pp. 16–21, 2010.

- [83] S. B. R. Umer, A. Fernyhough, "The effect of yarn length and diameter on permeability and compaction response of flax fibre mats," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 42, pp. 723–732, 2011.
- [84] T. D. Papathanasiou, "Flow across structured fiber bundles: a dimensionless correlation," *Int J Multiph Flow*, vol. 27, pp. 1451–1461, 2001.
- [85] B. Z. Babu and K. M. Pillai, "Experimental investigation of the effect of fiber-mat architecture on the unsaturated flow in liquid composite molding," *J Compos Mater*, vol. 38, pp. 57–79, 2004.
- [86] B. Verleye, S. V. Lomov, A. Long, I. Verpoest, and D. Roose, "Permeability prediction for the meso–macro coupling in the simulation of the impregnation stage of resin transfer moulding," *Composites Part A*, vol. 41, pp. 29–35, 2010.
- [87] G. Morren, M. Bottiglieri, S. Bossuyt, H. Sol, D. Lecompte, B. Verleye, *et al.*, "A reference specimen for permeability measurements of fibrous reinforcements for RTM," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 244–250, 3// 2009.
- [88] J. Li, C. Zhang, R. Liang, and B. Wang, "Statistical characterization and robust design of RTM processes," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, pp. 564–580, 5// 2005.
- [89] N. Verneta and E. R. e. al, "Experimental determination of the permeability of engineering textiles: Benchmark II," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 172–184, 2014.
- [90] C. Demaria, E. Ruiz, and F. Trochu, "In-plane anisotropic permeability characterization of deformed woven fabrics by unidirectional injection. Part I: experimental results," *Polym Compos*, vol. 28, pp. 797–811, 2007.
- [91] N. Kuentzer, P. Simacek, S. G. Advani, and S. Walsh, "Permeability characterization of dual scale fibrous porous media," *Composites Part A*, vol. 37, pp. 2057–2068, 2006.
- [92] K. L. Adams, B. Miller, and L. Rebenfeld, "Forced in-plane flow of an epoxy resin in fibrous networks," *Polym Eng Sci*, vol. 26, pp. 1434–1441, 1986.
- [93] R. Umer, S. Bickerton, and A. Fernyhough, "The effect of yarn length and diameter on permeability and compaction response of flax fibre mats," *Composites: Part A* vol. 42, pp. 723–732, 2011.

- [94] M. S. Omar Faruk, *Biofiber Reinforcement in Composite Materials*. United Kingdom: Woodhead Publishing.
- [95] H. Ma, Y. Li, and D. Wang, "Investigations of fiber twist on the mechanical properties of sisal fiber yarns and their composites," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 33, pp. 687–696, 2014.
- [96] T. D. Papathanasiou, "Flow across structured fiber bundles: a dimensionless correlation," *International Journal of Multiphase Flow*, vol. 27, pp. 1451–1461, 2001.
- [97] N. Kuentzer, P. Simacek, and S. G. Advani, "Permeability characterization of dual scale fibrous porous media," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, pp. 2057–2068, November 2006.
- [98] P. S. Nina Kuentzer, Suresh G. Advani, Shawn Walsh "Permeability characterization of dual scale fibrous porous media," *Composites: Part A*, vol. 37 pp. 2057–2068, 2006.
- [99] P. Simacek and S. G. Advani, "A numerical model to predict fiber tow saturation during liquid composite molding," *Composites Science and Technology* vol. 63, pp. 1725–1736, 2003.
- [100] D. Xue, M. Miao, and H. Hu, "Permeability anisotropy of flax nonwoven mats in vacuum-assisted resin transfer molding," *The Journal of The Textile Institute*, vol. 102, pp. 612–620, 2011.
- [101] S. Bickerton, E.M. Sozer, P. Šimáček, and S. G. Advani, "Fabric structure and mold curvature effects on preform permeability and mold filling in the RTM process. Part II. Predictions and comparisons with experiments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 439–458, May 2000.
- [102] S. Bickerton, E. M. Sozer, P. Šimáček, and S. G. Advani, "Fabric structure and mold curvature effects on preform permeability and mold filling in the RTM process. Part II. Predictions and comparisons with experiments," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 439–458, 5/1/ 2000.
- [103] M. Grujicic, K. M. Chittajallu, and S. Walsh, "Effect of shear, compaction and nesting on permeability of the orthogonal plain-weave fabric preforms," *Materials Chemistry and Physics* vol. 86 pp. 358–369, 2004.

- [104] A. W. Chan and R. J. Morgan, "Tow impregnation during resin transfer molding of bi-directional nonwoven fabrics," *Polymer Composites*, vol. 14, pp. 335-340, 1993.
- [105] K. a. Olivero, y. k. Hamidi, L. aktas, and m. C. altan, "Effect of preform thickness and volume fraction on injection pressure and mechanical properties of resin transfer molded composites," *Journal of composite materials*, vol. 38, 2004.
- [106] R. S. Parnas and S. M. Walsh, "Vacuum-assisted resin transfer molding model," *Polymer Composites*, vol. 26, pp. 477-485, 2005.
- [107] S. T. Marco Connor, Jan-Anders E. Månson, "On surface energy effects in composite impregnation and consolidation," *Composites Manufacturing, 3rd International Conference on Flow Processes in Composite Materials 94*, vol. 6, pp. 289–295, 1995.
- [108] N. P. a. J. Lee, "Modeling of void formation and removal in liquid composite molding. Part I: Wettability analysis," *Polymer Composites*, pp. 96-103, 1996.
- [109] C. E. M. M. a. C. E. J. G. Williams, "Liquid flow through aligned fiber beds," *Polymer Engineering & Science*, vol. 14, pp. 413-419, 1974.
- [110] R. M. D. Abraham, "Investigations into various methods of liquid injection to achieve mouldings with minimum void contents and full wet out," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 29, pp. 533–539, 1998.
- [111] L. J. L. N. Patel, "Effects of fiber mat architecture on void formation and removal in liquid composite molding," *Polym Compos*, vol. 16, pp. 386–399, 1995.
- [112] K.-J. L. G.-W. Lee, "Mechanism of void formation in composite processing with woven fabrics," *Polym Polym Compos*, vol. 11, pp. 563–572, 2003.
- [113] A. J. Zhou F, Advani SG. A closed form solution for flow in dual scale fibrous, "porous media under constant injection pressure conditions. Compos Sci," *Technol* vol. 68, pp. 699–708, 2008.
- [114] Zhou F, Kuentzer N, Simacek P, Advani SG, and Walsh S, " Analytic characterization of the permeability of dual-scale fibrous porous media. ," *Compos Sci Technol*, vol. 66, pp. 795–803, 2006.
- [115] K. N, S. P, A. SG, and W. S., "Correlation of void distribution to VARTM manufacturing techniques. ," *Compos Part A – Appl Sci Manuf*, vol. 38, pp. 802–813, 2007.

- [116] Santulli C., B. R., R. C. D., and L. A. C., "Influence of microstructural voids on the mechanical and impact properties in commingled E-glass/polypropylene thermoplastic composites " *Journal of Materials: Design and Applications* vol. 216, pp. 85-100, 2002.
- [117] R. M. Daigo Seto, Akira Todoroki, Yoshihiro Mizutani¹, "Void formation in an anisotropic woven fiber during resin transfer molding," presented at the 18th International Conference on Composite Materials.
- [118] H. J. S. and H. B., "Processing factors affecting the quality of resin transfer moulded composites,," *Plastics and Rubber Processing and Applications*, vol. 11, pp. 191-198, 1989.
- [119] L. T. S., G. B. R., and L. C. Y, "Void formation in RTM," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 12, pp. 1339-1349, 1994.
- [120] L. Staffan and G. Rikard, "Influence from process parameters on void formation in resin transfer molding," *Polymer Composites*, vol. 15, pp. 25-33, 1994.
- [121] A. E. FANAEL, "Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité " 2012.
- [122] L. L., J. Breard, S. Pillut-Lesavre, and G. Bouquet, "Void fraction prevision in LCM parts," *EPJ Applied Physics*, vol. 16, pp. 157-164, 2001.
- [123] L. J. and R. E., "Porosity reduction using optimized flow velocity in Resin Transfer Molding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 12, pp. 1859-1868, 2008.
- [124] F. LEBEL, " Contrôle de la fabrication des composites par injection sur renforts," vol. Phd Thesis p. 86, JUIN 2012.
- [125] A. E. Fanaei, "Caractérisation expérimentale des écoulements capillaires dans les renforts fibreux à double échelle de porosité," École Polytechnique de Montréal, 2012.
- [126] L. Francois, F. Amir Ershad, R. Edu, and T. Francois, "Experimental characterization by fluorescence of capillary flows in the fiber tows of engineering fabrics," *Open Journal of Inorganic Non-metallic Materials*, vol. 2012, 2012.
- [127] A. G. Facca, M. T. Kortschot, and N. Yan, "Predicting the elastic modulus of natural fibre reinforced thermoplastics," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, pp. 1660-1671, 2006.

- [128] C. L. Tucker III and E. Liang, "Stiffness predictions for unidirectional short-fiber composites: review and evaluation," *Composites science and technology*, vol. 59, pp. 655-671, 1999.
- [129] J. Andersons, E. Spārniņš, and R. Joffe, "Stiffness and strength of flax fiber/polymer matrix composites," *Polymer Composites*, vol. 27, pp. 221-229, 2006.
- [130] S. Garkhail, R. Heijenrath, and T. Peijs, "Mechanical properties of natural-fibre-mat-reinforced thermoplastics based on flax fibres and polypropylene," *Applied Composite Materials*, vol. 7, pp. 351-372, 2000.
- [131] Templeton PA, "Strength predictions of injection molding compounds," *Journal of reinforced Plastics and Composites*, vol. 9, pp. 210-225, 1990.
- [132] J. Afdl and J. Kardos, "The Halpin-Tsai equations: a review," *Polymer Engineering & Science*, vol. 16, pp. 344-352, 1976.
- [133] H. Talvensaaari, E. Ladstätter, and W. Billinger, "Permeability of stitched preform packages," *Composite Structures*, vol. 71, pp. 371-377, December 2005.
- [134] C. Lekakou, M.A.K. Johari, D. Norman, and M. G. Bader, "Measurement techniques and effects on in-plane permeability of woven cloths in resin transfer moulding," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 27, pp. 401-408, 1996.
- [135] T. S. Lundström, R. Stenberg, R. Bergström, H. Partanen, and P. A. Birkeland, "In-plane permeability measurements: a nordic round-robin study," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 29-43, 1// 2000.
- [136] H. Kris, D. Daniela, S. Hugo, and V. Marleen, "New set-up for measurement of permeability properties of fibrous reinforcements for RTM," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, pp. 959-969, July 2002.
- [137] J. Weitzenböck, R. Sheno, and P. Wilson, "Radial flow permeability measurement. Part A: Theory," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, pp. 781-796, 1999.
- [138] E. L. H. Talvensaaari, W. Billinger, "Permeability of stitched preform packages," *Composite Structures*, vol. 71, pp. 371-377, 2005.
- [139] A. Mikko and N. Kaarlo, "The physics of paper," Institute of physics publishing2006.

- [140] J. Curto, E. Conceição, A. Portugal, and R. Simões, "Three dimensional modelling of fibrous materials and experimental validation," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 42, pp. 370-374, 2011.
- [141] M. Rusu, K. Mörseburg, Ø. Gregersen, A. Yamakawa, and S. Liukkonen, "Relation between fibre flexibility and cross sectional properties," *BioResources*, vol. 6, pp. 641-655, 2011.
- [142] C. W. Hock, "Microscopic structure of flax and related bast fibres," *Journal of Research for the National Bureau of Standards*, vol. 29, pp. 41-50, 1942.
- [143] W. C. Albert and H. Sun-Tak, "Anisotropic in-plane permeability of fabric media," *Polymer Engineering & Science*, vol. 31, p. 1233, August 1991.
- [144] A. Johansson, "Correlations between fibre properties and paper properties," 2011.
- [145] I. Pulkkinen and J. Fiskari, "The use of fibre wall thickness data to predict handsheet properties of eucalypt pulp fibres," 2008.
- [146] R. L. Jones, "An investigation of the effect of fiber structural properties on the compression response of fibrous beds," 1962.
- [147] D. U. Shah, P. J. Schubel, and M. J. Clifford, "Modelling the effect of yarn twist on the tensile strength of unidirectional plant fibre yarn composites," *Journal of Composite Materials*, p. 0021998312440737, 2012.
- [148] C. Binetruy, "Calcul et validation expérimentale de la perméabilité et prévision de l'imprégnation de tissus en moulage RTM," 1996.
- [149] R. Fournier, "Optimisation and modelisation of the RTM process," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2003.
- [150] F. P. C. a. C. A. Smolders, "Characterization of UF Membranes : Membrane Characteristics and Characterization Techniques," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 34, pp. 135-173, 1991.
- [151] M. J. A. E. K. O. Hellén, K. J. Niskanen, "Porous structure of thick fiber webs," *Journal of Applied Physics*, vol. 81(9), p. 6425, 1997.
- [152] F. LeBel, A. E. Fanaei, É. Ruiz, and F. Trochu, "Prediction of optimal flow front velocity to minimize void formation in dual scale fibrous reinforcements," *International journal of material forming*, vol. 7, pp. 93-116, 2014.
- [153] N. Vernet, E. Ruiz, S. Advani, J. B. Alms, M. Aubert, M. Barburski, *et al.*, "Experimental determination of the permeability of engineering textiles:

- Benchmark II," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 61, pp. 172-184, 6// 2014.
- [154] F. LeBel, "Contrôle de la fabrication des composites par injection sur renforts," École Polytechnique de Montréal, 2012.
 - [155] E. Limpert, W. A. Stahel, and M. Abbt, "Log-normal Distributions across the Sciences: Keys and Clues: On the charms of statistics, and how mechanical models resembling gambling machines offer a link to a handy way to characterize log-normal distributions, which can provide deeper insight into variability and probability—normal or log-normal: That is the question," *BioScience*, vol. 51, pp. 341-352, May 1, 2001 2001.
 - [156] T. Schmidt, T. Goss, S. Amico, and C. Lekakou, "Permeability of hybrid reinforcements and mechanical properties of their composites molded by resin transfer molding," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 28, pp. 2839-2850, 2009.
 - [157] G. Francucci, A. Vázquez, E. Ruiz, and E. S. Rodríguez, "Capillary effects in vacuum-assisted resin transfer molding with natural fibers," *Polymer Composites*, vol. 33, pp. 1593-1602, 2012.
 - [158] G. Francucci, E. S. Rodríguez, and A. Vázquez, "Study of the compaction behavior of natural fiber reinforcements in liquid composite molding processes."
 - [159] R. Umer, S. Bickerton, and A. Fernyhough, "Characterising wood fibre mats as reinforcements for liquid composite moulding processes," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, pp. 434-448, 2007.
 - [160] X. Colom, F. Carrasco, P. Pages, and J. Canavate, "Effects of different treatments on the interface of HDPE/lignocellulosic fiber composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 161-169, 2003.
 - [161] S. Mohanty, S. K. Verma, and S. K. Nayak, "Dynamic mechanical and thermal properties of MAPE treated jute/HDPE composites," *Composites Science and Technology*, vol. 66, pp. 538-547, 2006.
 - [162] A. K. Mohanty, M. A. Khan, and G. Hinrichsen, "Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics—polyester amide composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 31, pp. 143-150, 2// 2000.

- [163] A. Rana, A. Mandal, B. Mitra, R. Jacobson, R. Rowell, and A. Banerjee, "Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: effect of compatibilizer," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 69, pp. 329-338, 1998.
- [164] L. Liu, J. Yu, L. Cheng, and W. Qu, "Mechanical properties of poly(butylene succinate) (PBS) biocomposites reinforced with surface modified jute fibre," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, pp. 669-674, 5// 2009.
- [165] Van Hattum FWJ and Bernardo CA, "A model to predict the strength of short fiber composites," *Polymer composites*, vol. 20, pp. 524-533, 1999.
- [166] D. C. Chang and G. J. Weng, "Elastic moduli of randomly oriented, chopped-fibre composites with filled resin," *Journal of Materials Science*, vol. 14, pp. 2183-2190, 1979.
- [167] A. Bravo, L. Toubal, D. Koffi, and F. Erchiqui, "Development of novel green and biocomposite materials: Tensile and flexural properties and damage analysis using acoustic emission," *Materials & Design*, vol. 66, pp. 16-28, 2015.
- [168] M. Assarar, D. Scida, A. El Mahi, C. Poilâne, and R. Ayad, "Influence of water ageing on mechanical properties and damage events of two reinforced composite materials: Flax-fibres and glass-fibres," *Materials & Design*, vol. 32, pp. 788-795, 2011.
- [169] A. Marec, J.-H. Thomas, and R. El Guerjouma, "Damage characterization of polymer-based composite materials: Multivariable analysis and wavelet transform for clustering acoustic emission data," *Mechanical Systems and Signal Processing*, vol. 22, pp. 1441-1464, 2008.
- [170] J. Wadim, "Acoustic emission applications," *San Juan Capistrano, CA: Dunegan Enevco*, 1978.
- [171] O. Chen, P. Karandikar, N. Takeda, and T. Kishi Rcast, "Acoustic emission characterization of a glass-matrix composite," *Nondestructive Testing and Evaluation*, vol. 8, pp. 869-878, 1992.
- [172] O. Ceysson, M. Salvia, and L. Vincent, "Damage mechanisms characterisation of carbon fibre/epoxy composite laminates by both electrical resistance measurements and acoustic emission analysis," *Scripta Materialia*, vol. 34, pp. 1273-1280, 1996.

- [173] S.-T. Kim and Y.-T. Lee, "Characteristics of damage and fracture process of carbon fiber reinforced plastic under loading-unloading test by using AE method," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 234, pp. 322-326, 1997.
- [174] G. Kotsikos, J. Evans, A. Gibson, and J. Hale, "Use of acoustic emission to characterize corrosion fatigue damage accumulation in glass fiber reinforced polyester laminates," *Polymer composites*, vol. 20, pp. 689-696, 1999.
- [175] X.-L. Gong, A. Laksimi, and M. Benzeggagh, "Nouvelle approche de l'émission acoustique et son application à l'identification des mécanismes d'endommagement dans les matériaux composites," *Revue des composites et des matériaux avancés*, vol. 8, pp. 179-205, 1998.
- [176] A. El Mahi, I. B. Salem, M. Assarar, R. Berbaoui, C. Poilane, and R. El Guerjouma, "Analyse par émission acoustique de l'endommagement des matériaux éco-composites," in *10ème Congrès Français d'Acoustique*, 2010, pp. - .
- [177] F. Meraghni and M. Benzeggagh, "Micromechanical modelling of matrix degradation in randomly oriented discontinuous-fibre composites," *Composites science and technology*, vol. 55, pp. 171-186, 1995.
- [178] D. U. Shah, "Characterisation and optimisation of the mechanical performance of plant fibre composites for structural applications," University of Nottingham, 2013.
- [179] K. Oksman, "High Quality Flax Fibre Composites Manufactured by the Resin Transfer Moulding Process," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 20, pp. 621-627, May 1, 2001 2001.
- [180] W.-B. Luo, T.-Q. Yang, and X.-Y. Wang, "Time-dependent craze zone growth at a crack tip in polymer solids," *Polymer*, vol. 45, pp. 3519-3525, 5// 2004.
- [181] D. Purslow, "Matrix fractography of fibre-reinforced epoxy composites," *Composites*, vol. 17, pp. 289-303, 10// 1986.
- [182] M. J. Doyle, "Nucleation and propagation of cracks in a polystyrene craze layer," *Journal of Materials Science*, vol. 17, pp. 760-768, 1982.
- [183] G. Dogossy and T. Czigány, "Failure mode characterization in maize hull filled polyethylene composites by acoustic emission," *Polymer testing*, vol. 25, pp. 353-357, 2006.

- [184] Y. Wang, "Effect of Consolidation Method on the Mechanical Properties of Nonwoven Fabric Reinforced Composites," *Applied Composite Materials*, vol. 6, pp. 19-34, 1999/01/01 1999.
- [185] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, pp. 1912-1921, 2007.
- [186] M. Khalfallah, B. Abbès, F. Abbès, Y. Q. Guo, V. Marcel, A. Duval, *et al.*, "Innovative flax tapes reinforced Acrodur biocomposites: A new alternative for automotive applications," *Materials & Design*, vol. 64, pp. 116-126, 12// 2014.
- [187] K. Oksman, L. Wallström, and L. Berglund, "Morphology and mechanical properties of unidirectional sisal–epoxy composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, pp. 2358-2365, 2002.
- [188] Z. Cherif, C. Poilâne, L. Momayez, and J. Chen, "Flax/epoxy prepreg: effect of processing parameters on mechanical properties," *Matériaux and Techniques*, 2012.
- [189] T. G. Kannan, C. M. Wu, K. B. Cheng, and C. Y. Wang, "Effect of reinforcement on the mechanical and thermal properties of flax/polypropylene interwoven fabric composites," *Journal of Industrial Textiles*, p. 1528083712442695, 2012.
- [190] K. F. Sodoke, L. Laperrière, L. Toubal, and R. S. Khakestar, "Fuzzy logic response to Young's modulus characterization of a flax–epoxy natural fiber composite," *Materials & Design*, vol. 89, pp. 273-285, 1/5/ 2016.
- [191] N. Martin, P. Davies, and C. Baley, "Comparison of the properties of scutched flax and flax tow for composite material reinforcement," *Industrial Crops and Products*, vol. 61, pp. 284-292, 2014.
- [192] I. Van de Weyenberg, T. Chi Truong, B. Vangrimde, and I. Verpoest, "Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 37, pp. 1368-1376, 2006.
- [193] G. Lebrun, A. Couture, and L. Laperrière, "Tensile and impregnation behavior of unidirectional hemp/paper/epoxy and flax/paper/epoxy composites," *Composite Structures*, vol. 103, pp. 151-160, 2013.
- [194] K. Charlet, C. Baley, C. Morvan, J. P. Jernot, M. Gomina, and J. Bréard, "Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem

- and properties of the derived unidirectional composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 38, pp. 1912-1921, 8// 2007.
- [195] S. Goutianos, T. Peijs, B. Nystrom, and M. Skrifvars, "Development of Flax Fibre based Textile Reinforcements for Composite Applications," *Applied Composite Materials*, vol. 13, pp. 199-215, 2006/07/01 2006.
 - [196] I. Van de Weyenberg, J. Ivens, A. De Coster, B. Kino, E. Baetens, and I. Verpoest, "Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites," *Composites Science and Technology*, vol. 63, pp. 1241-1246, 7// 2003.
 - [197] K. Oksman, L. Wallström, L. A. Berglund, and R. D. T. Filho, "Morphology and mechanical properties of unidirectional sisal– epoxy composites," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, pp. 2358-2365, 2002.
 - [198] S. Phillips, J. Baets, L. Lessard, P. Hubert, and I. Verpoest, "Characterization of flax/epoxy prepregs before and after cure," *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 32, pp. 777-785, June 1, 2013 2013.